

**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA Y CIENCIA DE LOS
MATERIALES Y DEL TRANSPORTE**

ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIERÍA

**Simulación y Fabricación de Piezas Pulvimetalúrgicas
mediante Consolidación Eléctrica
con Corriente de Media Frecuencia**



MARTA HERRERA GARCÍA

Sevilla, septiembre de 2015

UNIVERSIDAD DE SEVILLA

**ESCUELA TÉCNICA
SUPERIOR DE INGENIERÍA**

D. Jesús Cintas Físico y D. Juan Manuel Montes Martos, Profesores Titulares de Universidad del Área de Conocimiento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, e investigadores del Grupo de Investigación “Metalurgia e Ingeniería de los Materiales”, Ref. TEP-123, hacen constar que el trabajo realizado por D^a. Marta Herrera García, y presentado en esta memoria, se ha realizado bajo su supervisión y que, tras un examen detallado de la misma, AUTORIZAN su presentación a trámite como Tesis Doctoral bajo el título de “SIMULACIÓN Y FABRICACIÓN DE PIEZAS PULVIMETALÚRGICAS MEDIANTE CONSOLIDACIÓN ELÉCTRICA CON CORRIENTE DE MEDIA FRECUENCIA”.

Sevilla, septiembre de 2015

Fdo.: Jesús Cintas Físico
Director de Tesis

Fdo.: Juan Manuel Montes Martos
Director de Tesis

Fdo.: Marta Herrera García
Doctorando

AGRADECIMIENTOS

Quisiera expresar mis más sinceros agradecimientos a mis padres, Jesús y Adela, y a mi hermano, Jesús, que siempre me han apoyado y me animaron para hacer la Tesis. A mi amor, Javi. Nunca podré agradecer todo lo que han hecho por mí.

A mis directores de Tesis, los doctores Jesús Cintas Físico y Juan Manuel Montes Martos, por la oportunidad que me brindaron al contar conmigo para esta investigación, por los numerosos consejos y por todo lo que me han enseñado.

Agradecer también la ayuda a los demás profesores del Departamento, a mis compañeros, Eduardo Sánchez, Enrique Romero, Eduardo Díaz, Isabel Montealegre, Cristina Arévalo y Eva M^a Pérez, y, en especial, al personal del laboratorio, D^a Mercedes Sánchez, D. Jesús Pinto y D. José Miguel Madrid, por el apoyo prestado en el laboratorio durante estos años.

A todos los que no he mencionado, y que de algún modo me han ayudado a finalizar este trabajo. En especial, quiero darle las gracias a Paz, una amiga que, incluso en la distancia, siempre ha estado en los momentos difíciles y me ha ayudado hasta el último día durante estos años de trabajo.

A mi abuelo Pepe, gran ingeniero que, sin saberlo, me animó a embarcarme en esta difícil carrera.

CONTENIDO

Capítulo 1:

INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

Capítulo 2:

BASES TEÓRICAS

Capítulo 3:

DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO DE SRE-MF

Capítulo 4:

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Capítulo 5:

MATERIALES

Capítulo 6:

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Capítulo 7:

CONCLUSIONES

Bibliografía

ÍNDICE

1	<i>Introducción y Objetivos.....</i>	<i>13</i>
1.1	La Pulvimetalurgia	15
1.2	La sinterización por corriente eléctrica	15
1.3	Objetivos	17
1.4	Esquema de la Tesis	17
2	<i>Bases Teóricas.....</i>	<i>21</i>
2.1	La consolidación de polvos	23
2.1.1	La ruta convencional.....	23
2.1.2	El prensado en caliente	23
2.2	La sinterización por corriente eléctrica	29
2.2.1	Clasificación de las técnicas FAST	30
2.2.2	Evolución histórica	32
2.2.3	Expectativas y dificultades	43
2.2.4	Modelo de SRE.....	46
2.2.5	Limitaciones del modelo.....	54
2.2.6	El Simulador	57
3	<i>Descripción del equipo de SRE-MF.....</i>	<i>63</i>
3.1	La máquina de SRE-MF.....	65
3.1.1	Componentes mecánicos	66
3.1.2	Componentes eléctricos	68
3.1.3	Otros elementos	73
3.2	Modificaciones de la máquina.....	76
3.2.1	Las plataformas.....	76
3.2.2	El sensor de temperatura.....	77
3.2.3	Monitorización y adquisición de datos	77
3.2.4	Juego de troqueles	79
4	<i>Procedimiento experimental.....</i>	<i>85</i>
4.1	Caracterización y evaluación de los polvos de partida	87
4.1.1	Muestreo del polvo	87
4.1.2	Fluidimetría y densidad aparente	87
4.1.3	Densidad de golpeo	88

4.1.4	Densidad absoluta.....	89
4.1.5	Compresibilidad.....	92
4.1.6	Granulometría.....	94
4.1.7	Curva de resistividad-porosidad	95
4.1.8	Caracterización microestructural	98
4.2	Procesado previo de los polvos: Molienda	103
4.3	Experiencias de SRE-MF	106
4.3.1	Puesta en marcha del equipo de SRE-MF.....	106
4.3.2	Preparación de la matriz con el polvo a sinterizar	107
4.3.3	Programación de la experiencia	110
4.3.4	Ejecución de la experiencia SRE-MF.....	115
4.4	Caracterización y evaluación de los compactos.....	115
4.4.1	Densidad, porosidad y energía térmica específica	116
4.4.2	Medida de la resistencia eléctrica y cálculo de la resistividad	117
4.4.3	Análisis estructural	119
4.4.4	Ensayo de compresión	122
4.4.5	Microdureza Vickers	125
5	<i>Materiales</i>.....	129
5.1	Polvos elegidos	131
5.2	Descripción general de los polvos	131
5.2.1	Hierro WPL 200	131
5.2.2	Hierro NC 100	132
5.2.3	Aluminio AS 61.....	133
5.2.4	Níquel Tipo 255.....	135
5.3	Granulometrías	136
5.4	Morfología y microestructura.....	138
5.4.1	Microscopía óptica	138
5.4.2	Microscopía electrónica de barrido.....	140
5.5	Difracción de rayos X	142
5.6	Curvas de compresibilidad.....	143
5.7	Curvas de resistividad-porosidad	145
5.8	Polvo de Grafito KS4	147
6	<i>Resultados y discusión</i>.....	149
6.1	Resumen de las experiencias realizadas	151

6.2 Designación de los compactos	154
6.3 Comportamiento de los polvos en la SRE-MF	155
6.3.1 Evolución de la presión y la altura de la columna de polvo.....	156
6.3.2 Evolución de la energía y la intensidad	158
6.3.3 Evolución de la porosidad y la resistencia eléctrica	161
6.4 Compactos de hierro WPL200 y NC100	163
6.4.1 Energía térmica específica	163
6.4.2 Porosidad	166
6.4.3 Resistividad eléctrica	169
6.4.4 Análisis estructural de los compactos	174
6.4.5 Propiedades mecánicas	188
6.4.6 Evaluación general de resultados.....	198
6.5 Compactos de aluminio AS61	201
6.5.1 Energía térmica específica	201
6.5.2 Porosidad	203
6.5.3 Resistividad eléctrica	205
6.5.4 Análisis estructural de los compactos	209
6.5.5 Propiedades mecánicas	220
6.5.6 Evaluación general de resultados.....	228
6.6 Compactos de níquel T255	230
6.6.1 Energía térmica específica	230
6.6.2 Porosidad	232
6.6.3 Resistividad eléctrica	235
6.6.4 Análisis estructural de los compactos	238
6.6.5 Propiedades mecánicas	249
6.6.6 Evaluación general de resultados.....	258
6.7 Simulaciones	260
6.7.1 Distribución de porosidad y temperatura	263
6.7.2 Temperatura media alcanzada	265
6.7.3 Predicción de fusión	268
7 Conclusiones	271
Bibliografía	279

Capítulo 1

INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1.1 La Pulvimetalurgia

La pulvimetalurgia (PM) o metalurgia de polvos es una técnica de producción de piezas a partir de materiales en forma de polvo metálico, si bien también pueden hacerse a partir de polvos no metálicos como cerámicos o poliméricos ^[1, 2, 3]. La ruta convencional de procesamiento pulvimetalúrgico consiste esencialmente en la compactación en frío de una masa de polvo metálico para obtener un compacto en verde, seguido de un sinterizado en horno que proporciona la pieza final o casi final (*net-shape* o *near-shape technique*). Aunque esta es la ruta más frecuentemente utilizada en la industria, no dejan de investigarse nuevas alternativas con el fin de minimizar, al menos parcialmente, los problemas y deficiencias de la tecnología actual. En este sentido, el uso directo de la electricidad como medio de consolidación de polvos (metálicos y cerámicos) ha sido sugerido en numerosas ocasiones, generalmente desde un punto de vista experimental ^[4].

1.2 La sinterización por corriente eléctrica

La gran diversidad de modalidades propuestas se pueden agrupar bajo el nombre genérico de *Técnicas de Sinterización asistida por campo eléctrico*, más conocida por las siglas *FAST* (*Field-Assisted Sintering Techniques*) que, de hecho, esconde un juego de palabras, pues la velocidad de los procesos es la característica más notable y el factor común de todas estas técnicas.

Además del ahorro de tiempo, la alta velocidad de las técnicas FAST representa una importante ventaja, ya que hace innecesarios el uso de vacío o de atmósferas inertes. Sin embargo, uno de los problemas frecuentemente mencionados por los investigadores que han experimentado con técnicas FAST está relacionado con la durabilidad de las matrices empleadas, especialmente en los casos en que dicha matriz debe ser eléctricamente aislante. El problema, aun no resuelto, de la elección de un material con durabilidad aceptable y económicamente rentable es de gran interés, y requiere un estudio exhaustivo.

Una de las técnicas FAST, la llamada *Sinterización por Resistencia Eléctrica* (*SRE* en español, *ERS* en inglés), básicamente consiste en aplicar una corriente alterna de baja tensión y alta intensidad a través de la masa de polvo contenida en una matriz eléctricamente aislante, en tanto que simultáneamente se aplica presión. Debido a que los requerimientos eléctricos de baja tensión y alta intensidad son perfectamente satisfechos por los

equipos de soldadura por resistencia, estos pueden servir como base para la realización de la técnica de SRE ^[1]. La duración del proceso de SRE es típicamente de 1 s. Durante este tiempo, la tensión aplicada y la carga mecánica inducen la densificación del polvo, debido fundamentalmente a su ablandamiento. Este ablandamiento es consecuencia del aumento de temperatura provocado por la corriente que pasa a través del polvo, y que libera energía térmica por efecto Joule.

En otra modalidad FAST, la denominada *Consolidación por Descarga Eléctrica* (CDE), la corriente eléctrica que pasa a través del polvo es también de gran intensidad pero, sin embargo, en comparación con el proceso de SRE, la tensión puede llegar a alcanzar valores mucho más altos. Esta combinación de alta intensidad y de tensión moderada (o alta) se puede lograr mediante la descarga de la energía almacenada en un banco de condensadores, una técnica también conocida en el campo eléctrico de soldadura. Debido a que la corriente eléctrica produce micro-soldaduras muy rápidas en los puntos de contacto entre las partículas, el tiempo de consolidación requerido puede ser extraordinariamente corto, de tan solo unos pocos milisegundos o incluso microsegundos ^[5].

Aunque algunas de las modalidades FAST son conocidas desde hace tiempo (como es el caso de la SRE y la CDE), casi siempre han sido abordadas desde un punto de vista experimental y no teórico. A pesar de que las variantes FAST tienen muchos aspectos en común, estudios detallados revelan que los fenómenos físicos que tienen lugar en cada una de dichas modalidades son muy diferentes. Entre los estudios teóricos preliminares se incluyen el trabajo realizado por Medvedenko *et al.* ^[6, 7], Istomina *et al.* ^[8], Meshkov *et al.* ^[9], Raichenko ^[10, 11, 12], Burenkov *et al.* ^[13, 14], Montes ^[15], Zhang ^[16], por mencionar algunos. Sin embargo, la mayoría de estos estudios de modelado son incompletos, ya que ignoran determinados aspectos fundamentales del problema. Más amplio parece haber sido el avance logrado en la técnica SPS ^[17, 18, 19], aunque algunas de las hipótesis de trabajo no gozan de completo consenso.

Las razones de esta deficiencia teórica se encuentran en la dificultad de modelar un proceso breve (a veces del orden de unos pocos microsegundos), así como la inexistencia de las ecuaciones que describan adecuadamente el comportamiento térmico, eléctrico y la densificación de los agregados de polvo. Un punto importante es la presencia de capas de óxido que rodean a las partículas metálicas, que, aunque muy delgadas (del orden de unos pocos nanómetros), complican severamente el modelado de las propiedades globales de los agregados de polvo, principalmente las de naturaleza eléctrica.

Un mayor avance en el modelado teórico y la simulación del proceso sería muy deseable, pues permitiría un mayor control de las variables implicadas (campo de temperaturas, campo de porosidades, campo de tensiones...), así como la elección de los valores adecuados y óptimos de los parámetros de procesado (intensidades y tiempos de paso, fuerza de compresión...). En este sentido, el Grupo de Metalurgia e Ingeniería de Materiales de la Universidad de Sevilla, en cuyo seno se desarrolla esta Tesis, trabaja actualmente y viene trabajando en esta línea desde hace años ^[20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27]. Este trabajo se beneficia de los avances logrados por este grupo en este campo.

1.3 Objetivos

El objetivo global de la Tesis se centra en el desarrollo y simulación de una nueva tecnología de consolidación pulvimetalúrgica rápida aplicable a polvos metálicos. Para lograr la rapidez deseable se propone una modalidad de consolidación eléctrica que aprovecha la tecnología de media frecuencia, empleada ya con éxito en el campo de la soldadura.

Los objetivos concretos que se persiguen con el trabajo que se va a llevar a cabo son:

- Desarrollo de una máquina de *sinterización por resistencia eléctrica de media frecuencia* (SRE-MF) partiendo del novedoso equipamiento desarrollado para las aplicaciones de la soldadura por resistencia de media frecuencia. El desarrollo será a escala de laboratorio, y para la etapa de potencia de 100 kVA y 1500 daN.
- Fabricación de piezas de distintos materiales (polvos de hierro, aluminio y níquel).
- Simulación del proceso de SRE-MF con el objetivo principal de conocer la distribución de temperaturas dentro de los compactos; información que es completamente inaccesible desde el punto de vista experimental.

1.4 Esquema de la Tesis

A continuación se muestra un esquema general del trabajo realizado en esta Tesis (Figura 1.1), y una breve descripción de cada uno de los capítulos en los que se desglosa el presente trabajo.

Agradecimientos Índice general
1. Introducción y Objetivos
2. Bases Teóricas
3. Descripción del Equipo SRE-MF
4. Procedimiento Experimental
5. Materiales
6. Resultados y Discusión
7. Conclusiones
Bibliografía

Figura 1.1. Esquema de la Tesis.

En el presente capítulo (Capítulo 1) se recoge una breve introducción al área de investigación en la cual se enmarca esta Tesis, así como los objetivos principales del trabajo desarrollado.

En el Capítulo 2 se describe el fundamento teórico del método de fabricación de piezas en el que se ha trabajado para el desarrollo de esta Tesis, basado en la sinterización por paso directo de corriente eléctrica empleando media frecuencia, SRE-MF. Además de una breve descripción de la evolución histórica de estas técnicas, se explican las características básicas que diferencian esta novedosa técnica de consolidación de polvos metálicos del resto de métodos de sinterización empleando corriente eléctrica. Asimismo, se describe el modelo teórico adoptado para llevar a cabo las simulaciones del proceso.

En el Capítulo 3 se explica con detalle el equipo utilizado para realizar las experiencias. Además de la descripción de la máquina de soldadura empleada, se explican las modificaciones llevadas a cabo sobre esta para adaptarla a la técnica de SRE-MF, y el conjunto de elementos adicionales empleados para la ejecución de las experiencias.

El conjunto de procedimientos experimentales seguidos para el trabajo desarrollado en esta Tesis se describe en el Capítulo 4. En primer lugar, se detallan las técnicas empleadas en la caracterización de los polvos empleados como material de partida. Por otra parte,

se describe el protocolo seguido para la realización de experiencias SRE-MF, así como la caracterización llevada a cabo para los compactos obtenidos mediante esta técnica de consolidación.

El Capítulo 5 describe las características principales de los materiales de partida: cuatro tipos de polvos metálicos, elegidos para la realización de las experiencias de SRE-MF de esta investigación. Además, se incluye la descripción del material empleado para la lubricación de la matriz en las experiencias de sinterización.

En el Capítulo 6 se recogen y discuten los resultados obtenidos para todas las experiencias de SRE-MF, llevadas a cabo con cada uno de los materiales de partida: polvos de hierro, aluminio y níquel. En primer lugar, se describen las condiciones de las experiencias realizadas con cada uno de los polvos. A continuación, se explican los resultados obtenidos en cada una de ellas, tanto el comportamiento del polvo durante su proceso de consolidación, como las propiedades del compacto final. Por último, se recogen los resultados de la serie de simulaciones llevadas a cabo.

Y, finalmente, en el Capítulo 7 se resumen las conclusiones a las que se ha llegado tras el análisis y discusión del conjunto de resultados obtenidos en el presente trabajo.

Capítulo 2

BASES TEÓRICAS

2.1 La consolidación de polvos

La compactación de polvos es un proceso por el cual las finas partículas de un material en polvo se unen mutuamente por la acción de una fuerza exterior, con o sin la aplicación de calor, para formar una pieza cohesionada. La forma de conseguir esto no es única y a lo largo de la historia reciente han sido ideadas diversas tecnologías. Revisaremos aquí las principales.

2.1.1 La ruta convencional

El proceso básico de consolidación de materiales en forma de polvo está constituido por dos etapas: *compactación (prensado en frío)* y *sinterización*.

En la primera etapa, la de compactación de polvos, se consigue dar la forma deseada a la pieza. Se realiza por medio de una fuerte compresión del polvo que rellena un molde, de manera que los polvos se unen en el interior de este y adquieren una mínima resistencia (pieza “en verde”) que permite su manipulación. La posterior etapa, de *sinterización*, consiste en el tratamiento térmico de la pieza “en verde” durante un tiempo y a una temperatura inferior a la de fusión de sus partículas (o, al menos, de los principales componentes que forman el material). Durante esta segunda etapa, las partículas se unen, y se aproximan unas a otras de manera que se reduce la porosidad, y se proporciona a la pieza la resistencia adecuada para la aplicación a la que vaya destinada.

Además de la ruta convencional de procesado pulvimetalúrgico, existen una gran variedad de procesos, así como combinación de distintas etapas de estos, que se pueden aplicar para la unión de partículas. Entre las muchas modalidades de procesado se encuentra el *prensado en caliente*.

2.1.2 El prensado en caliente

Los orígenes del *prensado en caliente* como procedimiento pulvimetalúrgico se desconocen, pero casi con toda seguridad se remontan a la antigüedad. La tecnología actual comenzó con la fabricación de herramientas con diamante y la primera referencia escrita de este procedimiento se debe al ingeniero Paulin Gay, en una patente de 1883.

Las ventajas del *prensado en caliente* en el procesado pulvimetalúrgico sobre la ruta convencional de *prensado en frío* y *sinterización en horno* son bien conocidas desde hace mucho tiempo (Figura 2.1).

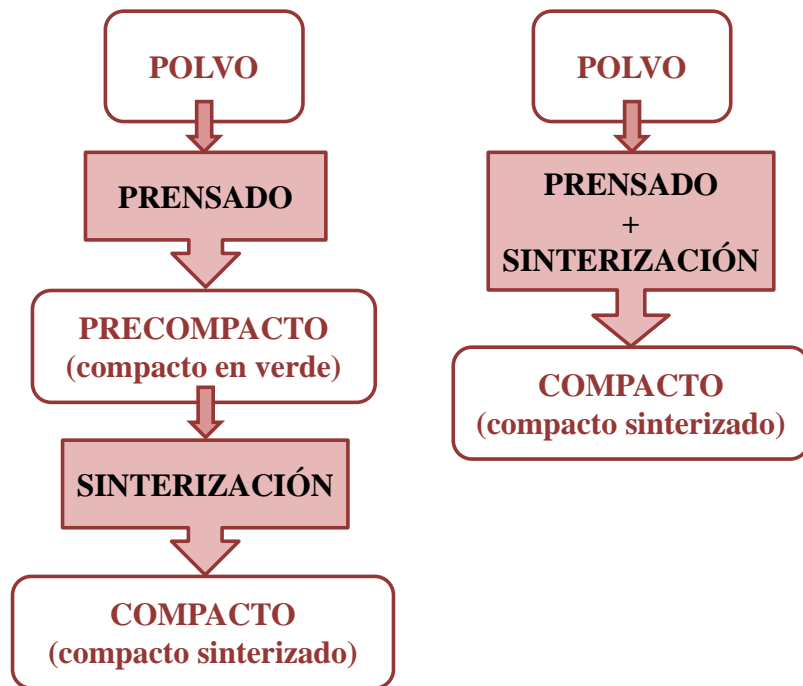


Figura 2.1. Comparación entre las dos vías de procesado pulvimetalúrgico. A la izquierda, la ruta convencional. A la derecha, la ruta del prensado en caliente.

La principal ventaja del prensado en caliente es intuitivamente obvia: cuanto más alta sea la temperatura de trabajo, menor será la resistencia a la deformación del metal en polvo, lo que hace posible lograr densificaciones totales (o muy próximas al 100%) empleando presiones relativamente bajas. No obstante, el principal atractivo de esta técnica no reside en el hecho de que con ella puedan emplearse presiones más bajas, pues son pocos los casos en los que el procesado convencional de prensado en frío y sinterización resulta inviable porque requiera presiones excesivamente elevadas. La ventaja fundamental es que con ella pueden lograrse densidades teóricas (o casi las teóricas), imposibles de alcanzar por otra vía y, además, con presiones *prácticas*, desde el punto de vista industrial. En la fabricación de materiales para herramientas de corte que contienen diamante industrial, por ejemplo, es difícil eliminar la porosidad residual en torno a las partículas de diamante a menos que se emplee el prensado en caliente. De hecho, puede decirse que el prensado en caliente constituye la única forma de fabricar un compacto libre por completo de porosidad.

Existen diferentes modalidades de prensado en caliente, tal y como se muestra en el esquema de la Figura 2.2. En todas ellas, el método presenta ventajas adicionales, aunque también algunos inconvenientes. Entre las ventajas se pueden considerar las siguientes:

- A través del prensado en caliente se combinan el prensado y la sinterización en un solo paso, por lo que se elimina una etapa de procesado.
- Se minimizan los cambios dimensionales, generalmente contracciones (*shrinkage*); el compacto prensado uniaxialmente en caliente tiene forzosamente las dimensiones deseadas.
- Algunos tipos de polvo no logran consolidarse mediante prensado en frío seguido de sinterización, pero sí con prensado en caliente.
- Muchas propiedades físicas de los compactos mejoran con el procesado en caliente.

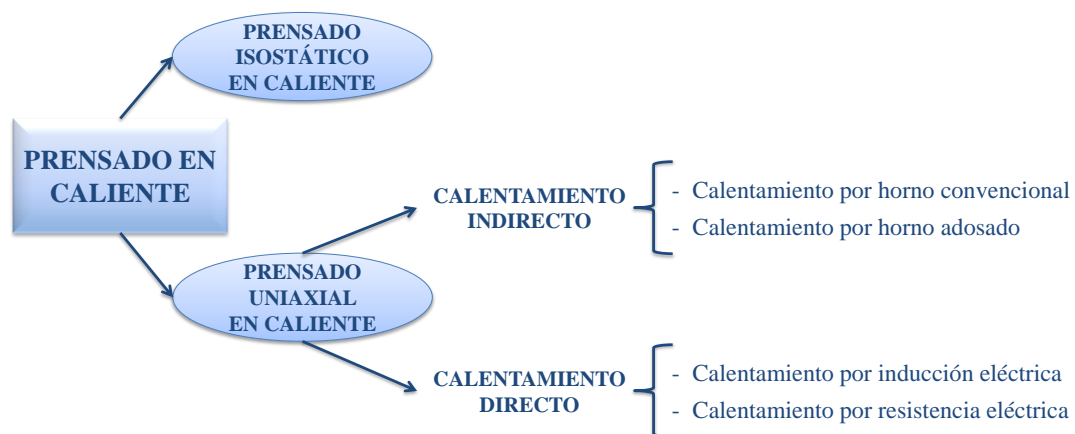


Figura 2.2. Diferentes modalidades del prensado en caliente como técnica pulvimetalúrgica.

Como contrapartida, están presentes las siguientes dificultades:

- Los ritmos de producción pueden ser bajos. Cada matriz de prensado en caliente fabrica un único compacto. Las máquinas automáticas de prensado en frío son capaces de compactar gran cantidad de piezas en verde, que son sinterizadas en grupos.
- A elevadas temperaturas, surgen dificultades derivadas de la indeseada soldadura del polvo con las paredes de los troqueles. La lubricación se convierte en un asunto especialmente delicado. A muy altas temperaturas, la elección de los materiales de la matriz llega a ser una cuestión muy limitadora, pues no es fácil encontrar materiales que sean mecánicamente resistentes, con resistencia al desgaste, e inertes desde el punto de vista químico.
- Elevar la temperatura muy por encima de la ambiental requiere normalmente proteger al polvo con una atmósfera adecuada, lo que constituye un inconveniente desde el punto de vista práctico. Existen, no obstante, muchas situaciones en las que el prensado en caliente al aire libre es perfectamente posible.

- La expulsión del compacto puede ser delicada. Se debe tener en cuenta el tiempo de enfriamiento, normalmente bajo una atmósfera protectora.

A. Prensado isostático en caliente

El prensado isostático en caliente (HIP) es un proceso de compactación en caliente bajo condiciones de presión isostática. Pueden conseguirse condiciones próximas a las isostáticas mediante un prensado axial en caliente sumergiendo el compacto en un medio apropiado que transmita la presión de modo cuasi-omnidireccional, por ejemplo, un lecho de polvo cerámico. Las condiciones completamente isostáticas requieren, sin embargo, un fluido para la transmisión ideal de la presión en todas las direcciones. En el rango de temperaturas para la compactación en caliente de los materiales de mayor interés, pueden emplearse gases para este propósito. La presión externa solo es efectiva si el medio que transmite la presión no puede penetrar a través de los canales que suponen los poros abiertos del compacto poroso. Esto obliga a sellar los poros, lo que puede conseguirse mediante una bolsa flexible. Para temperaturas superiores esta solución puede no resultar útil. Una alternativa consiste en la eliminación de la porosidad abierta mediante sinterización sin presión y la aplicación de una gran presión para la reducción de la porosidad residual.

B. Prensado uniaxial en caliente

El prensado uniaxial en caliente es el método pulvimetalúrgico más antiguo de compactación en caliente. El polvo, o un compacto preformado, es colocado en una matriz rígida y compactado mediante la acción de unos punzones (de simple o doble efecto).

Los materiales para los troqueles deben seleccionarse teniendo en cuenta la resistencia y la naturaleza química del polvo en las condiciones del prensado en caliente. El grafito es el material más común, permitiendo temperaturas de prensado de hasta 2500 °C. Las matrices que han de soportar presiones muy altas se fabrican a veces de grafito reforzado con fibra de carbono, con wolframio, con aleaciones de cobalto, con aceros refractarios y con materiales cerámicos.

Las presiones de compactación típicas pueden llegar hasta los 100 MPa para las matrices de acero y algo menores para las matrices de grafito. Para los procedimientos que aprovechan la presencia de una fase líquida, se prefieren presiones más bajas, para evitar que el líquido migre a la superficie del compacto. Los tiempos de procesamiento pueden variar desde algunos segundos (con las técnicas más rápidas), hasta de una o varias horas (con las más lentas). El prensado uniaxial en caliente es un método de fabricación importante para

cierto tipo de cerámicas y también para la fabricación de composites con base metálica. Sin embargo, actualmente está cediendo terreno al prensado isostático en caliente, debido a que sus ritmos de producción son más bajos, sus presiones son más limitadas y, además, no se distribuyen uniformemente.

El calentamiento se puede realizar de forma directa o de forma indirecta, tal y como se mostraba en el esquema de la Figura 2.2.

Calentamiento indirecto

El método más simple de prensado en caliente consiste en introducir en el interior de un horno una matriz fabricada con un material resistente al calor y cargada con el polvo metálico (o la mezcla de polvos), trasladarla a la prensa una vez calentada, y prensar allí el polvo mientras la matriz retiene aún el calor. Este sencillo método tiene, sin embargo, ciertos inconvenientes: las matrices son pesadas y caras, son necesarias muchas matrices, pues los ritmos de producción son bajos, se requieren sistemas adicionales para trasladar las pesadas y calientes matrices, el horno debe ser potente para calentar, en tiempos razonables, las grandes masas metálicas de las matrices, etc.

Una técnica igualmente simple, y que elimina la mayor parte de las dificultades anteriores, consiste en aplicar la presión simultáneamente al calentamiento. Esto puede conseguirse adosando un horno a la propia matriz. El método puede permitir llegar a temperaturas más altas (próximas a la de fusión), pues no es necesario la manipulación ni el traslado de las pesadas matrices. Además, si las temperaturas son más altas pueden emplearse presiones más bajas, y los troqueles pueden ser no metálicos, más ligeros y también mucho más baratos.

El horno puede ser de muchos tipos; quizás el más común sea el horno de gas (gas natural, propano, acetileno). Su principal ventaja es su economía y mayor rapidez que los hornos eléctricos por radiación. Un método alternativo, es calentar la matriz (normalmente de grafito) mediante el paso de corriente eléctrica en la dirección de prensado o perpendicular a ella. La propia matriz actuaría como horno de calentamiento. El principal problema es que las intensidades de corriente requeridas pueden ser muy elevadas, sin olvidar que, como en los casos anteriores, se ha de esperar el tiempo necesario para que el compacto alcance la temperatura de equilibrio. Otro método que también utiliza la corriente eléctrica es el calentamiento de la matriz por inducción de alta frecuencia. Los equipos suelen ser caros y, como el caso anterior aparecen problemas asociados con la medida de la temperatura.

Calentamiento directo

Esta alternativa de procesamiento surge como consecuencia de la dificultad en la elección de materiales adecuados para soportar las altas temperaturas que se alcanzan en los hornos por el procesamiento indirecto. Para lograr esto, lo que se persigue es conseguir que el calor se aplique directamente al polvo, obteniendo un descenso del calor empleado y por tanto evitar el problema de la resistencia de los materiales.

Existen dos posibles rutas: *calentamiento del polvo por inducción* y *calentamiento por resistencia eléctrica*. Ambas requieren que los polvos sean conductores y las matrices eléctricamente aislantes, o aisladas del polvo.

En el caso del calentamiento por inducción, se deben cumplir tres requisitos fundamentales para que el procedimiento sea viable:

- Los polvos deben ser eléctricamente conductores y haber alcanzado alta densificación.
- Para la inducción deben utilizarse frecuencias del orden de los megahercios.
- Las matrices y los punzones deben ser cerámicos (en general, eléctricamente aislantes).

Bajo estas condiciones el calentamiento por inducción es posible y de forma muy rápida, pero presenta una serie de inconvenientes. El control de la temperatura puede resultar difícil; su medida con pirómetros ópticos directos solo es posible si las matrices cerámicas son transparentes. La instalación de termopares en la frontera matriz/compacto es mecánicamente difícil y, además, el sensor puede proporcionar medidas falsas como consecuencia de la autoinducción. Otro inconveniente importante es que los equipos necesarios para proporcionar la alta frecuencia suelen ser costosos.

El calentamiento por resistencia eléctrica del polvo (o calentamiento mediante el efecto Joule) consiste en hacer pasar una corriente eléctrica a través del polvo mientras que simultáneamente puede estar aplicándose presión. Debido a los tiempos de procesamiento tan extremadamente cortos (del orden de segundos) propios de este tipo de prensado en caliente, los métodos convencionales para la medida de la temperatura y de su distribución en el compacto, tales como pirómetros o termopares, no pueden ser utilizados. La determinación de la densidad, microestructura y propiedades del material resultante solo puede lograrse a través del método de ensayo y error aplicado a cada material.

Una de las ventajas de esta técnica es el menor coste de los equipos que necesita, ya que pueden utilizarse equipos de soldadura por resistencia, basados en el mismo principio. Sin embargo, se encuentran también las siguientes dificultades:

- La resistencia eléctrica del polvo y del compacto cambia considerablemente al variar la densidad y la temperatura. Esto exige por lo tanto, sofisticados aparatos electrónicos para el control de la temperatura, pero cuya tecnología ya está desarrollada y suficientemente ensayada en el campo de la soldadura.
- La distribución de la temperatura en el interior del compacto puede ser irregular, particularmente debido al enfriamiento que provoca la pared de la matriz.
- Incluso la distribución de la corriente dentro del compacto llega a ser extremadamente compleja, a menos que el compacto tenga una forma muy simple.
- Aunque, hoy en día, se dispone de modelos teóricos que permiten describir la evolución de las variables del proceso, muchos de estos estudios son incompletos. Estas técnicas de fabricación han sido abordadas, en la mayoría de los casos, desde un punto de vista experimental y no teórico.

Dentro de las técnicas de prensado en caliente, es en esta última, la sinterización por paso directo de una corriente eléctrica, en la que se basa la presente investigación. En el apartado siguiente se describe esta técnica con más detalle.

2.2 La sinterización por corriente eléctrica

Como se dijo en la Introducción, la técnica de sinterización por resistencia eléctrica pertenece al conjunto de técnicas denominadas usualmente como *Field-Assisted Sintering Techniques*, abreviadamente *FAST*, denominación que hace referencia a la característica fundamental de estos procesos, los cortos periodos de procesado ^[28].

Así pues, por tecnología FAST se entiende cualquier método de consolidación donde se combinan presión mecánica y campos eléctrico y térmico con el fin de mejorar la densificación y la unión interparticular. Los materiales de partida pueden encontrarse en forma de polvo o haber sido compactados previamente (compacto en verde). El principal objetivo de la aplicación de corriente eléctrica es proporcionar la cantidad necesaria de calor, aprovechando la resistencia eléctrica del material al paso de corriente. Genéricamente hablando, las características más significativas de estas técnicas son:

- El calor es generado en el interior del propio polvo y no exclusivamente cedido por la matriz. Es uno de los puntos principales que distinguen las técnicas FAST de los procesos de prensado en caliente.
- El polvo y la matriz están fríos inicialmente.
- Las presiones utilizadas pueden ser altas, aunque inferiores a las aplicadas en el prensado convencional.
- Los tiempos de sinterización son muy cortos, del orden del segundo, o aún menores. Debido a la gran velocidad de los periodos de calentamiento y enfriamiento, se pueden llevar a cabo al aire, sin necesidad de una atmósfera controlada, además de evitar los problemas de crecimiento de tamaño de grano y otras reacciones indeseables.
- El enfriamiento que sigue a la sinterización es muy rápido.
- Además, las corrientes eléctricas pueden mejorar la sinterización por activación de diversos mecanismos: como la eliminación de la capa de óxido superficial, microdescargas entre las partículas, fusiones parciales, e incluso la formación del metal en plasma.

Por todo ello, se trata de técnicas con características propias que las hacen muy diferentes a la sinterización convencional, entre las que cabe destacar su rápida cinética. Es debido a esto, así como a la gran cantidad de variantes que existen, que la mayoría de las modalidades no goza aún de implantación industrial y su desarrollo no es pleno, especialmente en el ámbito teórico ^[29].

2.2.1 Clasificación de las técnicas FAST

Existe una gran variedad de modalidades que han surgido en torno a la idea del uso de corriente eléctrica como medio de consolidación de polvos. La clasificación más usada es la basada en el tiempo de paso de corriente eléctrica, aunque existen otras en las que el criterio clasificador es la frecuencia, la intensidad o la forma de la corriente.




La clasificación de las técnicas FAST según los tiempos de sinterización establece dos grandes grupos: *FAST rápidas* (tiempos de sinterización > 0.1 s), y *FAST ultrarrápidas* (< 0.1 s).

Otra forma de clasificación distingue, principalmente, entre procesos de *Sinterización por Resistencia Eléctrica* (*SRE* en español, *ERS* en inglés) y procesos de *Consolidación por Descarga Eléctrica* (*CDE* en español, *EDC* en inglés), dependiendo de si la fuente

de potencia eléctrica es un transformador o un banco de condensadores, respectivamente. No obstante, son muchas las variantes que han surgido en torno a esta idea, y hoy en día se barajan gran cantidad de nombres, entre las cuales cabe destacar la *Sinterización por Chispas Asistida por Plasma* (SPS en inglés) o la *Sinterización por Pulsos de Corriente Eléctrica* (PECS en inglés).

La Tabla 2.1 muestra un esquema con las principales características de estas técnicas.

Tabla 2.1. Clasificación de los procesos FAST según el tiempo de paso de corriente eléctrica.

Proceso	SRE (ERS inglés)	CDE (EDC en inglés)	Otras técnicas FAST: SPS o PECS
Evolución de la intensidad de corriente			
Tiempo de paso	$> 0.1 \text{ s}$ (1-100 s)	$< 0.1 \text{ s}$ (ms o μs)	$> 0.1 \text{ s}$ (varios minutos)
Densidad de corriente	$\sim 5 \text{ kA}\cdot\text{cm}^{-2}$	$< 10 \text{ kA}\cdot\text{cm}^{-2}$	$< 1 \text{ kA}\cdot\text{cm}^{-2}$
Presión	$\sim 100 \text{ MPa}$	$\sim 10 \text{ MPa}$	$\sim 100 \text{ MPa}$
Atmósfera controlada	No es necesaria	No es necesaria	Vacío o atmósfera inerte
Matriz	Matriz dieléctrica	Matriz dieléctrica	Matriz conductora (grafito)
Polvos sinterizables	Conductores	Conductores	No conductores

La técnica de SRE consiste en hacer pasar una corriente de alta intensidad y baja tensión a través del polvo contenido en una matriz de material aislante, al mismo tiempo que se aplica presión para favorecer la compactación.

En el caso de la CDE, la mayor parte de la energía eléctrica en el proceso de consolidación es liberada en el primer periodo de tiempo, provocando un rápido calentamiento en la superficie de contacto entre partículas de polvo. Los tiempos característicos de paso de la corriente varían entre 10^{-1} y 10^{-5} s, y los tiempos de enfriamiento son del orden de pocos segundos.

En las técnicas FAST ultrarrápidas se combina la aplicación de corriente eléctrica con altas presiones de compresión (pudiendo llegar al orden de los GPa). Los electrodos empleados deben ser de materiales con valores altos de resistencia mecánica y conductivi-

dad eléctrica, mientras que la matriz puede estar fabricada tanto de material aislante (alúmina, vidrio, baquelita) como conductor (acero, grafito).

En el apartado a continuación se presenta un resumen de la evolución de estas técnicas a lo largo historia reciente, así como las características principales que distinguen cada una de ellas.

2.2.2 Evolución histórica

El uso directo de la electricidad como vía para lograr la sinterización rápida de polvos metálicos fue sugerida repetidas veces a lo largo del siglo XX. La Figura 2.3 muestra el número de trabajos publicados por década desde 1900 hasta principios del siglo actual ^[4].

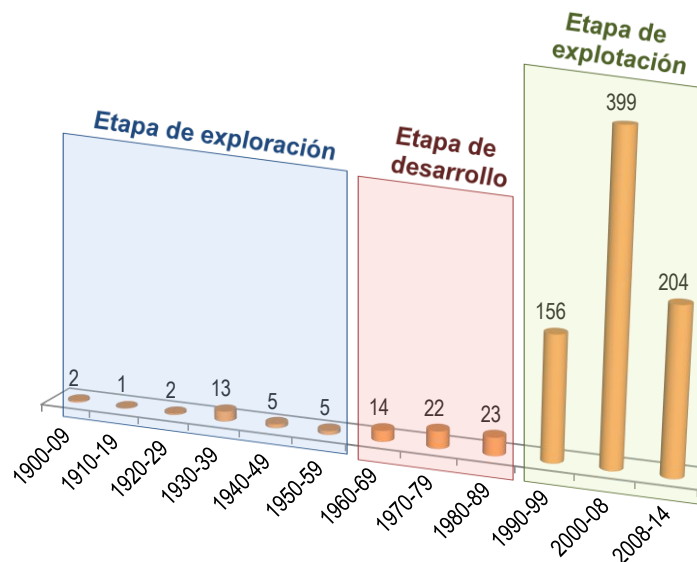


Figura 2.3. Número de patentes de tecnologías FAST por década desde 1900 hasta 2014.

Se observa un progreso discontinuo, cuya causas principales fueron la falta de conocimiento de los principios teórico-básicos y de los dispositivos implicados en esta técnica. El rápido crecimiento en las dos últimas décadas es resultado de la difusión mundial de esta tecnología tanto en la comunidad científica como en el sector industrial. Este periodo de explotación se mantiene desde la década de 1990 hasta la actualidad.

Según se ha podido comprobar en los trabajos publicados ^[30, 31], el pionero de la tecnología FAST fue Duval d'Adrian ^[32] en 1922. Sin embargo, se atribuye a Bloxam ^[33, 34] la primera patente del proceso de sinterización por resistencia con paso de corriente eléctrica continua, publicada en 1906. Bloxam llevó a cabo la sinterización en vacío, por paso de corriente eléctrica continua liberada a través del filamento de una lámpara incandescente,

partiendo de la pieza en verde, y sin necesidad de aplicar ninguna presión sobre esta. La reducción de la capa de óxido que rodea las partículas de polvo resultó altamente efectiva.

En 1913, Weintraub y Rush ^[35] patentaron un nuevo método, combinando la aplicación de presión y corriente eléctrica simultáneamente. La Figura 2.4 muestra el esquema del sistema patentado por Weintraub y Rush, donde el material de partida en forma de polvo (1) es contenido por un tubo eléctricamente aislante (2), el cual se encuentra a su vez colocado dentro de un tubo metálico (3). Un electrodo de grafito (4) y (5), conectado a la fuente de potencia, ejercía una presión uniaxial a través del peso de un plato intermedio (6). Al dispositivo se aplicaba corriente continua, comenzando con alta tensión (15 kV) para tratar de superar la alta resistividad del polvo de partida; y después disminuyendo progresivamente (hasta unos 100-500 V) a medida que disminuye la resistividad de la masa de polvo durante el proceso de consolidación. La temperatura de sinterización alcanzada fue estimada en unos 2000 °C.

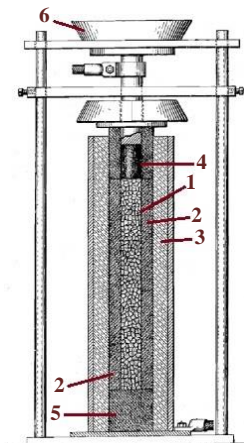


Figura 2.4. Aparato de sinterización basado en la patente de Weintraub y Rush en 1913, en el cual se combinaba calentamiento por efecto Joule y presión. (Figura tomada de la referencia [35].)

En 1922, Duval D'Adrian ^[32] desarrolló un método de tres pasos que permitía aplicar la sinterización eléctrica a polvos eléctricamente aislantes, como circona, y que empleó para la fabricación de tubos aislantes, crisoles, etc. El método consistía en una compactación previa del polvo (óxido no conductor) mezclado con un aglomerante, secado y sometido a un primer calentamiento en un horno convencional, de manera que el óxido pasaba a ser conductor eléctrico, y así poder terminar el proceso con una sinterización eléctrica, al mismo tiempo que se aplicaba la presión necesaria. Un método parecido fue desarrollado por Davis en 1940 ^[36] para el caso de materiales refractarios, con el objetivo de mejorar la

velocidad de sinterización, hasta conseguir tiempos del orden de unos pocos minutos, de manera que se eliminase la necesidad de una cámara de vacío para asegurar la efectividad del proceso. Para ello, empleó un tubo de sílice como matriz, y dos electrodos de acero refrigerados con agua, que a su vez servían de punzones que aplicaban la presión.

Posteriormente, en 1933, fue Taylor ^[37, 38, 39] quien desarrolló el primer proceso de sinterización por resistencia eléctrica, combinando una batería de condensadores, transformadores y dispositivos de conexión especiales. En su montaje (Figura 2.5), Taylor dispuso de un tubo de vidrio, que contenía el polvo metálico, taponado, por encima y por debajo, por dos punzones. La técnica desarrollada por Taylor, concebida principalmente para el prensado en caliente de los carburos cementados, requería tiempos de sinterización inferiores al segundo y presiones muy bajas, que podían ser aplicadas mediante palancas. Llevó a cabo la sinterización de polvo de WC con 3-20% de Co, alcanzando temperaturas de hasta 1000 °C, empleando una atmósfera controlada y una matriz no conductora. Usaba un banco de condensadores, que proporcionaba una primera corriente eléctrica para reducir la resistencia eléctrica del polvo, y que a su vez conectaba a un transformador (2500 V y 200 Ω) que generaba la corriente eléctrica en la segunda etapa del proceso de consolidación. Taylor demostró la importancia de los tiempos rápidos de sinterización para prevenir el crecimiento de grano y así mejorar las propiedades del compacto sinterizado.

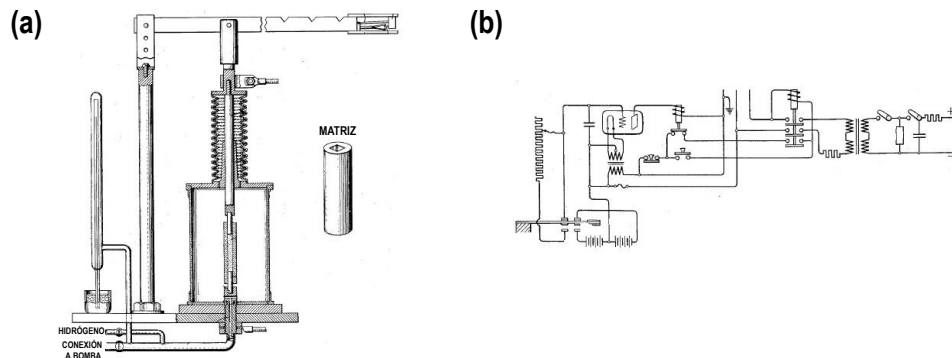


Figura 2.5. Aparato de sinterización patentado por Taylor en 1933: a) montaje del sistema y matriz; b) batería de condensadores, transformadores y dispositivos de conexión especiales. (Figura y esquemas tomados de la referencia [39].)

A principio de la década de 1930, Sherwood ^[40, 41, 42] patentó un método de producción de utensilios auto-lubricantes basado en sinterización eléctrica de materiales porosos que posteriormente se impregnarían en aceite. Las presiones aplicadas variaban entre 30 y 300 MPa y los tiempos de sinterización entre 30 y 120 s, todo bajo una atmósfera inerte.

Las piezas obtenidas con esta técnica combinaban una alta resistencia al desgaste y fácil maquinabilidad.

En 1935, la compañía British Thomson Houston Co, Ltd. ^[43] patentó un método para la fabricación de muelas de rectificación. Estas herramientas estaban formadas por un anillo exterior de desgaste (compuesto por una mezcla de diamante, 10-20% en masa), unido a un corazón metálico de WC-Co (3-20% en masa de Co). La temperatura de sinterización máxima fue de aproximadamente 1300 °C, y el tiempo de descarga eléctrica de 30 s. El sistema presentado por Thomson Houston Co, Ltd. es el que se muestra en la Figura 2.6, consistente en un molde fijado a dos electrodos refrigerados por agua. En el interior se colocaba un disco metálico, un punzón y, en la cavidad entre ambos y la matriz, la mezcla de polvo. La combinación de corriente eléctrica y presión lograban la sinterización y unión del disco exterior al disco metálico.

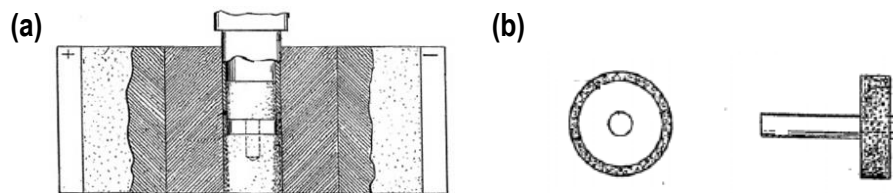


Figura 2.6. a) Esquema del método para la fabricación de herramientas abrasivas patentado por Thomson Houston Co, Ltd. en 1935; y b) vistas frontal y lateral de las herramientas metálicas. (Figura tomada de la referencia [43].)

La gran demanda de herramientas de corte y piezas con una alta resistencia al desgaste impulsó el desarrollo de nuevos aparatos de sinterización, como el planteado por Kratky en 1937 ^[44], y basado en la sinterización eléctrica con carga aplicada por impacto (Figura 2.7a), aplicando una tensión de 4 V y una intensidad de 800 A. También es destacable el método patentado por Engle ^[45] en 1940, que logró minimizar los gradientes de temperatura y densidad en las piezas fabricadas, empleando una matriz que rodeaba al sistema y ofrecía un calentamiento adicional al conseguido por efecto Joule (Figura 2.7b), con una tensión aplicada entre de 3 y 12 V, una intensidad superior a los 3000 A.

Al mismo tiempo, en 1940, Jones ^[46] sugirió la utilización de una máquina de soldadura por puntos para lograr la sinterización. Esta idea fue aplicada por Cremer ^[47] a la compactación de polvos de cobre, latón, bronce y aluminio. Desarrolló un nuevo equipo de FAST ultrarrápido, adaptando una máquina convencional de soldadura por puntos, que permitía aplicar pulsos de corriente de hasta 20 kA y una presión de hasta 140 MPa. La matriz metálica era aislada del polvo por medio de un revestimiento aislante. Empleando

una densidad de corriente de $62 \text{ kA} \cdot \text{cm}^{-2}$, una tensión entre 5 y 20 V, y presiones de 70 a 140 MPa, se lograba la sinterización en tiempos de solo 0.02 a 0.03 s. Desde entonces, las investigaciones en las técnicas FAST se han centrado en el efecto de los parámetros principales: presión, voltaje e intensidad de corriente. Poco después, en 1945, fue Ross ^[48] quien desarrolló el primer equipo automático para la sinterización eléctrica de polvos metálicos (Figura 2.8), a partir de una modificación del método de Cremer, basada en la utilización de corrientes y presiones que variaban gradualmente.

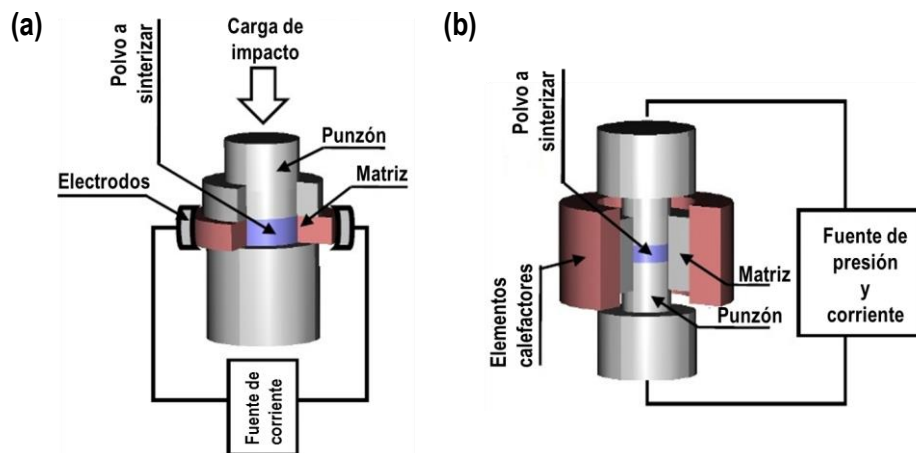


Figura 2.7. Sistemas de sinterización eléctrica a) con carga aplicada por impacto (Kratky, 1937); y b) con calentamiento adicional de la matriz (Engle, 1940). (Figuras tomadas de las referencias [44, 45].)

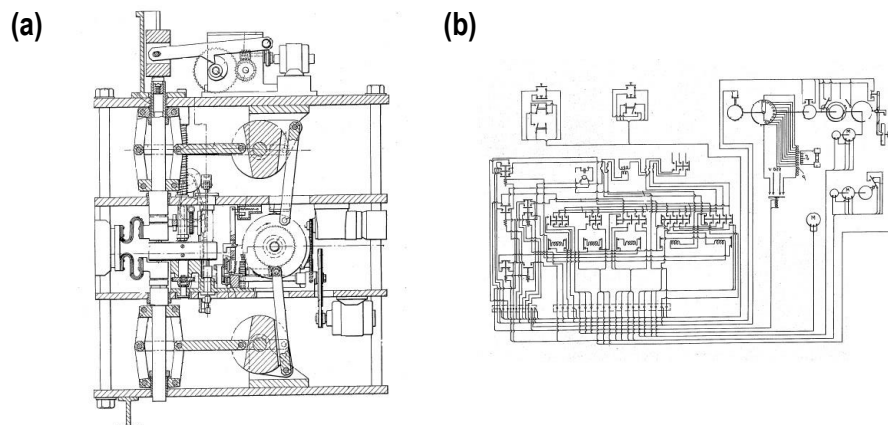


Figura 2.8. Adaptación de una máquina convencional de soldadura por puntos para la SRE, patentado por Ross en 1941: a) montaje sistema completo, b) esquema circuito eléctrico incorporado en la máquina. (Figuras tomadas de la referencia [48].)

Hacia 1955, las interesantes ideas desarrolladas por Lenel ^[49] permitieron aplicar la sinterización eléctrica (empleando intensidades de 15-25 kA, tensión entre 10 y 40 V, y presiones entre 70 y 150 MPa), a la consolidación de polvos de níquel, cobalto, metales

refractarios, molibdeno, titanio, zirconio y algunas de sus aleaciones, carburos cementados y otros Cermets. Lenel denominó a la modalidad por él empleada: *sinterización por resistencia eléctrica bajo presión*. La matriz consistía en un zuncho metálico partido que se ceñía sobre un tubo cerámico (alúmina). Los electrodos, compuestos, estaban formados por un cilindro de aleación de cobre y una oblea de metal refractario, en contacto directo con el polvo. Las presiones utilizadas variaron entre los 80 y los 155 MPa, y las densidades de corriente, en el rango de 11 a 19 $\text{kA}\cdot\text{cm}^{-2}$. Lenel introdujo, además, la importante novedad de aplicar dos trenes de corriente: el primer tren aplicaba una tensión más elevada para provocar la ruptura de las resistencias de contacto; y el segundo, disminuía la tensión para evitar la fusión del material.

Tras las investigaciones Lenel, se llevaron a cabo numerosos trabajos sobre esta técnica de sinterización por resistencia eléctrica, como la de J.C. Parker en 1968^[50], que empleaba presiones de unos 10 MPa y densidades de corriente superiores a los 150 $\text{kA}\cdot\text{cm}^{-2}$, para la consolidación de piezas de Ti y Fe; el método patentado por K. Okazaki en 1990^[51], que fabricó piezas de Ni, Ti y aleaciones de Al, aplicando una tensión superior a 3 kV, una densidad de corriente por encima de los 50 $\text{kA}\cdot\text{cm}^{-2}$ y una presión 10 MPa; o el método introducido por W. Knoess en 1996^[52, 53], que utilizaba presiones entre 300 y 700 MPa y una densidad de corriente de 100 $\text{kA}\cdot\text{cm}^{-2}$ para la sinterización de piezas de Fe y Cu.

La *etapa de desarrollo* de las tecnologías FAST comenzaba, por tanto, a partir de la década de 1970, tal y como se mostraba en la Figura 2.3. En 1966, Inoue^[54] patentó la denominada *sinterización por pulsos de corriente eléctrica*, una variante de este método más comúnmente conocida por *sinterización por chispas y plasma* (*spark plasma sintering, SPS*). Los trabajos de Inoue entre 1966^[54, 55] y 1967^[56] introdujeron el uso de nuevas tecnologías, como el empleo de medias y altas frecuencias, o combinaciones de corriente alterna y continua. La técnica SPS utiliza precisamente las descargas de chispas eléctricas entre las partículas de polvo para activar los gases que las rodean y promover así la creación de cuellos de enlace entre ellas. Esta variante fue concebida como un proceso más económico y práctico^[57, 58] y ha demostrado ampliamente la viabilidad de la sinterización de polvos metálicos y no metálicos en cortos intervalos de tiempo (del orden de minutos)^[59, 60, 61, 62, 63, 64]. Una corriente eléctrica de alta densidad (una combinación de corriente alterna de frecuencia moderadamente alta y de corriente continua) se hace pasar a través del polvo sometido a presiones relativamente bajas. El esquema de uno de los equipos diseñado por Inoue para la SPS^[65] se muestra en la Figura 2.9, en el cual la frecuencia de

corriente era determinada por un banco de resistencias (1) y de condensadores (2), cargado a través de una batería (3), y descargado por el transformador (4) cuando el interruptor (5) está cerrado. El pulso de corriente, aplicado a través de los electrodos, permitía la sinterización por chispas del polvo contenido en la matriz.

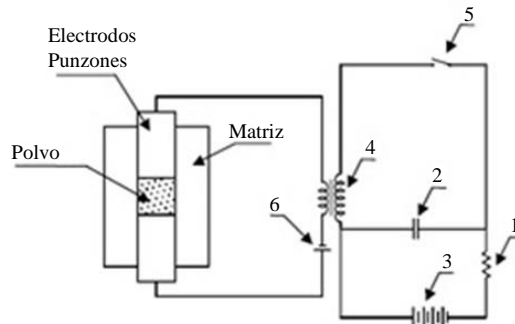


Figura 2.9. Esquema del método patentado por Inoue en 1967. (Adaptación de la figura tomada de la referencia [56].)

En uno de los trabajos posteriores desarrollados por Inoue ^[56], se estudió el efecto de aplicar un pulso simple o una sucesión de pulsos de corriente eléctrica. Los elementos principales empleados en este trabajo eran: un importante calentamiento por resistencia a baja frecuencia (100 Hz) y/o corriente continua; y una descarga eléctrica a alta frecuencia (100 MHz), que combinado con la aplicación de una presión baja (< 10 MPa) para promover el calentamiento a nivel interparticular, permitía mejorar la efectividad en las primeras etapas del proceso de sinterización. Se pudo comprobar que las piezas sinterizadas con este método de dos etapas presentaban densidades mayores.

Boesel ^[59, 66], continuando la línea de investigación desarrollada por Inoue, experimentó con una presión de partida de entre 3 y 3.5 MPa que aumentaba hasta un valor final próximo a los 13 MPa para mejorar la densificación. Este y otros estudios parecen confirmar que el tamaño de grano no cambia apreciablemente durante el proceso de sinterización.

La mayoría de los métodos mencionados hasta aquí empleaban una fuente eléctrica de baja tensión y alta intensidad. No obstante, se han ideado otras técnicas que también utilizan la corriente eléctrica como medio directo de calentamiento, pero procedente de la descarga de un banco de condensadores. El método proporciona alta tensión y alta intensidad y se conoce con el nombre de *sinterización/consolidación por descarga eléctrica* (*electric discharge sintering/consolidation*). Al mismo tiempo que se daban grandes avances en los métodos y aparatos involucrados en las técnicas SRE, se impulsaba también el

desarrollo de nuevas variantes, como la CDE. Saito *et al.* ^[67] comprobaron que los compactos sometidos a descarga mejoraban notablemente su densificación durante una posterior sinterización tradicional en horno. Emplearon para la descarga eléctrica un condensador de 60 μF cargado hasta 15 kV. Concluyeron que la mejora en la densificación se debía a que la descarga lograba eliminar las capas de óxido superficiales de las partículas metálicas. Las medidas de las resistencias eléctricas antes de la descarga (70 Ω a 60 MPa) y tras la descarga (menor de 0.01 Ω), así lo constataban.

Ya en la década de 1980, Al-Hassani *et al.* ^[68, 69, 70] realizaron un extenso trabajo sobre compactación de polvos metálicos por descarga de alta tensión (~ 10 kV) y alta densidad de corriente procedente de un banco de condensadores (con descargas de hasta 20 kV). Observaron que el compacto de polvo, alojado en un tubo de vidrio, no quedaba pegado a las paredes como consecuencia de la poderosa fuerza magnética transitoria de constricción que se creaba por el paso de la corriente de alta frecuencia ^[71]. Pese a la importancia y extensión de estos trabajos, no se trataron los aspectos metalúrgicos del problema.

Un estudio metalúrgico de materiales compactados por disipación directa de energía eléctrica a través de la masa de polvo fue realizado por Hara y Akechi ^[72] recuperando la técnica de Lenel (baja tensión, alta intensidad), pero sustituyendo el tubo de alúmina por mica. Los parámetros empleados en su compactación fueron: presión de 98 a 127 MPa, tensión de 2 a 5 V y corrientes continua y alterna durante un tiempo de 0.5 a 3 s. Concluyeron que con polvos de titanio se requería una presión mayor de 98 MPa para conseguir una densificación superior al 96%. Comprobaron que con el aumento de la potencia de entrada aumentaba la temperatura, la densificación, y mejoraba la resistencia a la tracción.

Los investigadores soviéticos también desarrollaron un extenso trabajo sobre diversas modalidades de sinterización eléctrica, fundamentalmente en el terreno experimental ^[8, 12, 73], pero también con algunas incursiones en el modelado teórico ^[6, 9, 10]. Desafortunadamente, una gran parte de estos trabajos, escritos en ruso, no están traducidos, lo que constituye, ciertamente, un factor limitante para su estudio. G.L. Burenkov *et al.* ^[13] estudiaron el empleo de materiales alternativos para los revestimientos de las matrices destinadas a la fabricación de carburos cementados de base Cu-Sn. Tales materiales debían sustituir a los costosos tubos cerámicos, empleados por Lenel, y a las matrices de grafito, empleadas por una gran mayoría de investigadores. Proponían un excelente sustituto, barato, y que permitía una media de unos 10 ciclos de trabajo. Desgraciadamente, el material pro-

puesto, un cemento-amianto, hoy día es un material proscrito. No obstante, su trabajo permite imaginar futuras vías de investigación ensayando materiales alternativos.

Si bien puede decirse que la línea de investigación soviética se extinguió a principios de la década de los noventa, coincidiendo con la caída de la Unión Soviética, la japonesa ha continuado hasta nuestros días, liderando en la actualidad la investigación sobre los múltiples usos de la electricidad como vía de sinterización. Fue a final de la década de 1980, cuando expiraron las patentes de Inoue, que empezaron a fabricar equipos de sinterización eléctrica con corriente pulsatoria (*PECS, pulsed electric current sintering*) basados en sus investigaciones ^[74]. Desde entonces, el número de aplicaciones de las técnicas FAST ha ido creciendo cada día más, al igual que el número de equipos comercializados para las diferentes técnicas.

A comienzos de la década de 1990, la compañía Sumitomo Coal Mining Co. Ltd (que posteriormente pasó a llamarse SPS Syntex Inc. Japan, Sumitomo/SPSS) comercializó nuevos equipos de SPS ^[75, 76, 77], que empleaban cargas de hasta 100 toneladas, y pulsos de corriente con intensidades de 2-20 kA. A partir de entonces se fueron comercializando diferentes equipos, algunos ya automatizados, como el sistema túnel patentado por Tokita en 2002 ^[78] (Figura 2.10a), o la primera máquina de fabricación en serie por SPS en 2004 ^[79] (Figura 2.10b), que permitió la producción en serie a gran velocidad de piezas metálicas de bajo punto de fusión sin necesidad de una atmósfera controlada. Todas ellas basadas en el uso de presión y calentamiento por corriente eléctrica, y la mayoría empleando pulsos de corriente continua.

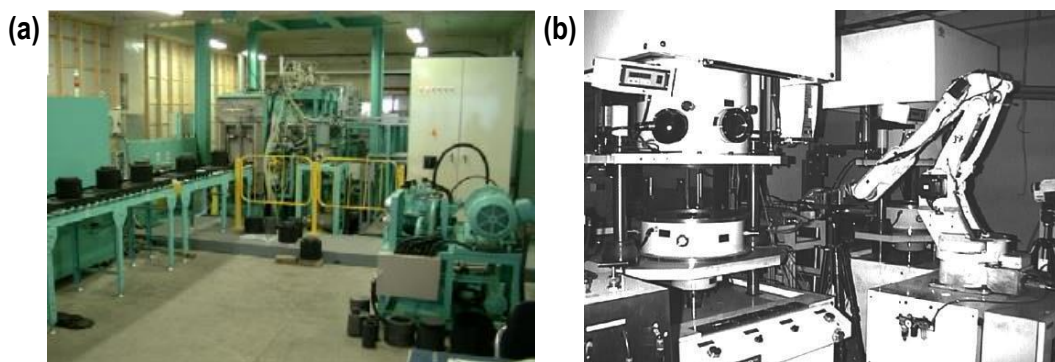


Figura 2.10. a) Túnel automático de SPS (sistemas de precalentamiento, sinterizado, enfriamiento); y b) Equipo automático de consolidación SPS. (Fotografías tomadas de la referencia [4].)

Uno de los últimos métodos de sinterización, patentado por Bauer y Newman en 2008 ^[80, 81], consiguió evitar el problema del crecimiento de grano durante la sinterización,

empleando refrigeración de las paredes de la matriz (Figura 2.11). Una de las diferencias principales de este método respecto al resto es el uso de una fuente tanto de corriente alterna como de corriente continua, permitiendo una mejor sinterización del polvo. En los trabajos llevados a cabo de Bauer, se fabricaron piezas de acero aplicando presiones entre 300 y 700 MPa, una tensión de aproximadamente 7 V y densidades de corriente inferiores a $10 \text{ kA} \cdot \text{cm}^{-2}$. En particular, se consiguió sinterizar una masa de 33 g de polvo de hierro puro, aplicando una presión de 300 MPa, una tensión de 7.5 V e intensidades de corriente con picos de hasta 26 kA, presentando el compacto final una densidad relativa de 97.58%.

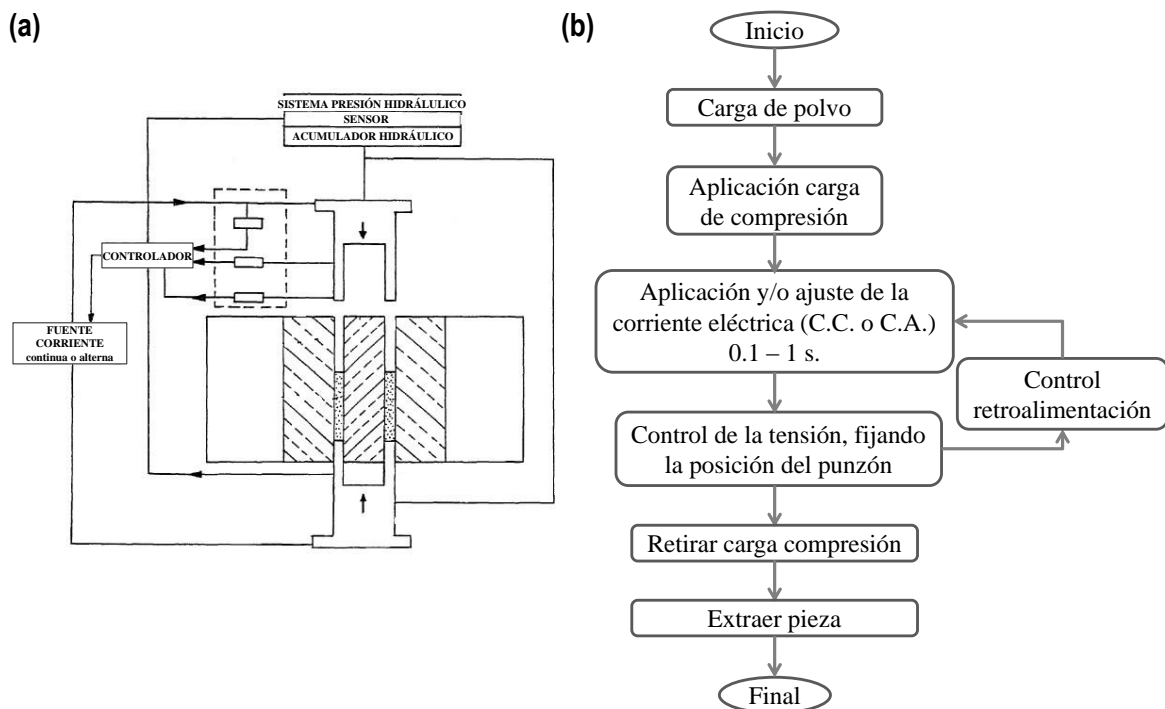


Figura 2.11. Método de sinterización patentado por Bauer y Newman en 2008: a) esquema del sistema; b) secuencia del proceso. (Adaptación de la figura tomada de la referencia [81].)

En la Tabla 2.2 se ha incluido un resumen de las investigaciones más destacadas en las técnicas FAST durante los últimos años.

Tabla 2.2. Publicaciones destacadas sobre las técnicas SRE y CDE (autores, parámetros y materiales implicados en la investigación).

	Autor (fecha) ⁽ⁱ⁾	Parámetros empleados (presión; tiempo de descarga; voltaje; densidad de corriente) ⁽ⁱⁱ⁾	Materiales sinterizados
SRE	A.G. Bloxman (1906) ^[33, 34]	0 MPa; [ne]; [ne]; [ne]	Producción industrial de filamentos de W y Mo
	A.L. Duval Adrian (1922) ^[32]	<i>SIN DATOS.</i>	Mat. eléctricamente aislantes (Zr; Th; Ta)
	N.R. Davis (1940) ^[36]	[ne]; > 5 min; [ne]; [ne]	Mat. refractarios
	C.F. Sherwood (1931-33) ^[40, 41, 42]	30-300 MPa; 30-120 s; [ne]; [ne]	Piezas de Cu y Sn para rodamientos sin aceite
	G F. Taylor (1933) ^[37, 39]	100 MPa; 1-2.5 s; [ne]; [ne]	Aleaciones WC-C
	British Thomson Houston Co. Ltd. (1935) ^[43]	[ne]; > 30 s; [ne]; [ne]	Mat. abrasivos (diamante, Co y WC)
	A. Kratky (1937) ^[44]	Carga por impacto; pocos minutos; 4 V; 800 A	Mat. duros de WC (Cermets), Aceros rápidos
	E.W. Engle (1940) ^[45]	[ne]; [ne]; 3-12 V; > 3000 A	Cermets
	G.D. Cremer (1944) ^[47]	~ 100 MPa; 10 ms; 5-20 V; ~ 60 kA·cm ⁻²	Cu, Al, latón
	W.F. Ross (1945) ^[48]	Carga por impulso >500 MPa; [ne]; [ne]; [ne]	Aceros y Cermets
	F.V. Lenel (1955) ^[49]	77-154 MPa; 0.1-0.5 s; 10-40 V; 15-25 kA	Ni, Co, refractarios; Mo, Ti, Zr; Cermets
	J.C. Parker (1968) ^[50]	10 MPa; 1 ms; [ne]; > 150 kA·cm ⁻²	Ti, Fe
	J.S. Hetherington (1969) ^[82]	120 MPa; [ne]; 30 kV; [ne]	Mat. porosos (Ta)
	Z. Hara and K. Akechi (1982) ^[72]	98-127 MPa; 0.5-3 s; 2-5 V; [ne]	Ti
	K. Okazaki (1990) ^[5]	10 MPa; 10-50 μm; > 3 kV; > 50 kA·cm ⁻²	Al-Fe-V, Ni, Ti, Ta
CDE	W. Knoess (1996) ^[52]	300-700 MPa; 0.05-50 ms; < 30 V; 100 kA·cm ⁻²	Fe, Cu
	D.P. Bauer (2008) ^[81]	400-700 MPa; 0.1-1 s; 7 V; < 10 kA·cm ⁻²	Aceros
	G. Weintraub, H. Rush (1913) ^[35]	[ne]; [ne]; 110 V; [ne]	W, carburos y nitruros
SPS / PECS	Saito <i>et al.</i> (1974) ^[67]	[ne], [ne]; [ne]; [ne]; Condensador 60 μF (descarga < 15 kV);	<i>SIN DATOS.</i>
	Al-Hassani <i>et al.</i> (1980 – 1985) ^[68, 69, 70, 71]	[ne]; [ne]; 10 kV; [ne]; C = 40-110 μF (descarga < 20 kV) ;	Fe puro y aceros; Co, Al, Ni, Ta, W,
	K. Inoue (1966; 1967; 1971) ^[54, 55, 56, 65]	< 10 MPa; [ne]; [ne]; Calentamiento por resistencia a baja frec (100 Hz) + descarga eléctrica a alta frec (100 MHz).	Metales con punto de fusión bajo (Bi, Cd), medio (Fe, Ni) y alto (Cr, Mo, W)
SPS / PECS	R.W. Boesel (1971) ^[59, 66]	Aumentando la presión de 3 a 13 MPa;	<i>SIN DATOS.</i>
	G.L. Burenkov <i>et al.</i> (1987) ^[13, 14]	4.5 kPa; [ne]; [ne]; 430-580-720 A·cm ⁻²	Aleación de Cu, Sn y P.
	M. Omori (2000-2002) ^[74, 83, 84, 85]	<i>SIN DATOS.</i>	Aleaciones metálicas bio-compatibles
	M. Tokita (1993; 2002; 2004) ^[75, 78, 79, 85]	<i>SIN DATOS.</i>	Materiales compuestos WC/Co

⁽ⁱ⁾ [P]: Patente; ⁽ⁱⁱ⁾ [ne] = parámetro no especificado en la publicación.

Aunque hasta ahora se ha presentado un breve repaso de los aspectos más relevantes de las distintas técnicas FAST ensayadas en el curso de la historia reciente, conviene también recalcar la gran importancia del conjunto de útiles y sistemas de control empleados en cada técnica. La evolución simultánea de estos elementos implicados ha sido, y sigue siendo hoy en día, fundamental para lograr solucionar las limitaciones que presenta esta técnica de consolidación.

Como ya se mencionaba en el apartado 2.1.2, las primeras máquinas diseñadas para la sinterización eléctrica no ofrecían datos precisos ni reproducibles en sus resultados, y fue a partir de 1970 cuando se comenzó a emplear diferentes unidades externas que formaban un único sistema y permitían un mayor y mejor control de los parámetros del proceso, como la temperatura o la resistencia eléctrica. La reciente incorporación de equipos informáticos y *software* especialmente diseñados para optimizar los parámetros y ajustarlos según los requerimientos en cada caso, ha conseguido una alta repetitividad en las experiencias.

En el caso de las tecnologías FAST más rápidas, el control de algunos parámetros se hace más complejo debido a la alta velocidad de calentamiento, y el hecho de producirse este calentamiento localizado en las partículas del polvo y no en el resto del sistema. No obstante, Bauer y Newman desarrollaron un sistema más avanzado para los procesos con tiempos del orden de 0.1-1 s ^[80, 81], el cual permite controlar la energía suministrada a través de una señal de respuesta, igualmente rápida, durante el proceso de sinterización. Esta modalidad de sinterización eléctrica, *FAST ultrarrápida*, parece ser la que ha despertado un mayor interés en los últimos años.

2.2.3 Expectativas y dificultades

El conjunto formado por las diversas tecnologías FAST se enfrenta a una serie de problemas que se encuentran, hoy en día, aún por resolver. Entre dichas dificultades cabe señalar las siguientes:

1. El problema de encontrar materiales adecuados para las matrices que soporten un número de ciclos que haga rentable el procedimiento.
2. La pieza sinterizada por vía eléctrica posee una microestructura heterogénea (en especial, su distribución de porosidad), consecuencia de una inherente distribución de temperatura también no homogénea.

3. La imposibilidad de conocer la distribución de temperaturas en el interior del compacto durante el proceso de sinterización.

Respecto al punto (2), que a priori se presenta como un inconveniente, no está claro que se trate de una cuestión insalvable que no pueda minimizarse, y tampoco es descartable que pudieran derivarse de ellas algunas ventajas, por ejemplo, de índole mecánica.

En cuanto a la posibilidad de conocer la temperatura en el interior del compacto, hay que decir que ya se han dado algunos pasos para salvar esta dificultad; empleando matrices transparentes que permiten la medida de la temperatura por métodos ópticos (asunto nada fácil y muy restrictivo) o bien, mediante el empleo de sondas térmicas por ultrasonidos ^[86]. No obstante, quizás un conocimiento fiable y pormenorizado de la distribución de temperaturas (y de porosidades) solo pueda venir dado por la simulación exhaustiva del proceso. En este sentido, como se comentaba en el apartado 2.1.2, poco es el camino recorrido. A pesar de que, hoy en día, aún queda mucho por recorrer.

Son numerosos los beneficios que podrían derivarse de la simulación de los procesos de sinterización eléctrica. La simulación del proceso permitiría el control de las variables implicadas (campo de temperaturas, campo de porosidades, campo de tensiones, ritmo de densificación, etc.), no todas accesibles experimentalmente. Asimismo, dicha simulación haría posible la elección de los valores adecuados de la intensidad de corriente, del tiempo de procesado, de la resistividad inicial de la masa de polvo (controlable mediante el grado de oxidación de las partículas), de la presión exterior, e incluso, de los materiales idóneos para los troqueles. Y, con todo ello, se podrían sentar las bases para una posible implantación industrial.

A pesar de las ventajas y beneficios antes señalados, los trabajos que abordan el modelado de las técnicas de sinterización eléctrica son pocos y, la mayoría de ellos, incompletos. Una razón de esta carencia podría ser la complejidad intrínseca del problema. Además del calentamiento por efecto Joule, la corriente eléctrica produce otros efectos más complejos, como microdescargas entre las partículas, fusiones parciales e incluso conversión del metal en plasma. Todo ello confiere al procedimiento características propias que lo hacen muy diferente de la sinterización convencional, y que complican enormemente su modelado teórico. Entre ellas cabe destacar su rápida cinética (con tiempos del orden del segundo, e incluso de fracciones de segundo), y la inexistencia de ecuaciones que describan adecuadamente el comportamiento térmico, eléctrico y la densificación de los agregados de polvo durante el proceso de consolidación.

Si se añade a todo ello la gran cantidad de variantes que existen, puede comprenderse por qué esta técnica, pese a no ser tan reciente, aún se encuentra en fase de desarrollo, sobre todo, en el ámbito teórico.

Las múltiples variantes no solo difieren en la naturaleza de la matriz contenedora de los polvos (en algunas, eléctricamente aislante y, en otras, conductora), sino también en las características de la corriente que circula por el sistema. Por ejemplo, las contribuciones teóricas realizadas por autores soviéticos ^[6, 9, 10] suponían, generalmente, matrices aislantes y corrientes transitorias. Otros trabajos teóricos más recientes ^[87] presuponen matrices de grafito (eléctricamente conductoras, por tanto) y corrientes pulsatorias.

Por otro lado, la mayoría de los modelos suponían partículas esféricas dispuestas de forma ordenada, lo cual se aleja mucho de la realidad para los polvos reales. Además, en el caso de polvos metálicos, las finas capas de óxido que presentan las partículas (del orden de pocos nanómetros) complican aún más la descripción de las propiedades globales y del comportamiento de este material en el modelo teórico.

Es debido a todo ello que las soluciones planteadas por las diversas fuentes resultan, a menudo, difíciles de reconciliar. A pesar de que ciertas modalidades de sinterización eléctrica han sido abordadas reiteradamente desde el punto de vista experimental, ha sido en los últimos años cuando han comenzado a ser modeladas teóricamente.

En la Tabla 2.3 se presentan los estudios teóricos más destacables que se han llevado a cabo en los últimos años, desde el propuesto en 1977 por Medvedenko *et al.* ^[6], hasta el reciente estudio desarrollado por Montes *et al.* en 2014 ^[88]. Los trabajos incluidos en la tabla reúnen algunos intentos significativos de modelado de los procesos de sinterización eléctrica. El último de ellos (*A one-dimensional model of the electrical resistance sintering*, Montes *et al.* (2014) ^[88]), recoge el modelo teórico que ha sido utilizado en esta Tesis. Las hipótesis básicas de dicho modelo, junto con las ecuaciones principales que lo describen, y las limitaciones de las mismas, se detallan a continuación en los apartados 2.2.4 y 2.2.5.

Tabla 2.3. Estudios teóricos realizados sobre técnicas de consolidación eléctrica SRE y CDE.

Autor(es), (Año), Referencia	Descripción del trabajo realizado
N.F. Medvedenko, M.Z. Kolchiskii and V.V. Skorokhod (1977) ^[6]	Estudio de la compactación de polvo metálico como elementos de un circuito eléctrico. Establece una relación lineal entre el voltaje de activación de la ruptura de las capas de óxido del polvo metálico y el tamaño del compacto sinterizado en la dirección de paso de la corriente.
T.I Istomina <i>et al.</i> (1983) ^[8]	Estudio de la sinterización por descarga eléctrica. Modelo sobre la influencia del prensado en frío en las propiedades mecánicas finales de compuestos abrasivos de cobre y estaño.
V.V. Meshkov <i>et al.</i> (1984) ^[9]	Método para el cálculo de los parámetros de trabajo óptimos en un proceso de sinterización por descarga de polvos conductores.
A.I. Raichenko (1985) ^[10]	Modelo teórico completo sobre la consolidación de polvos metálicos a través de técnicas de sinterización por pulso eléctrico, sin tener en cuenta la densificación del polvo.
A.I. Raichenko and E.S. Chernikova (1989) ^[12]	Estudio de la distribución de temperaturas en el polvo y los electrodos durante un proceso de consolidación eléctrica, sin tener en cuenta la densificación del polvo.
G.L Burenkov <i>et al.</i> (1987 y 1989) ^[13, 14]	Modelo del fenómeno que tiene lugar en los contactos entre partículas del polvo durante un proceso de sinterización por descarga eléctrica.
J.M. Montes (2003) ^[15]	Tesis: <i>Modelado de la sinterización por resistencia eléctrica bajo presión de polvos metálicos</i> . Estudio del modelado teórico del proceso de sinterización por resistencia eléctrica, teniendo en cuenta la densificación del polvo.
A. Zavaliangos <i>et al.</i> (2004) ^[89]	Simulaciones por elementos finitos para el estudio de la distribución de temperaturas en el polvo y el juego de troqueles durante un proceso de consolidación eléctrica.
G.A. Kriegsmann (2008) ^[90]	Modelo matemático del proceso de consolidación de polvos metálicos y la sinterización de polvos cerámicos por descarga eléctrica. Emplea métodos asintóticos para aproximar las ecuaciones, y demuestra una relación funcional entre la densidad final y la energía inicial de los condensadores, y de la densidad inicial de la masa de polvo.
J. Räthel, M. Herrmann and W. Beckert (2009) ^[91]	Estudio de la evolución de temperaturas durante el proceso de consolidación eléctrica, para el caso de materiales conductores y no conductores. A partir de la medida de dos pirómetros (externo e interno), se monitoriza la diferencia de temperaturas durante el proceso de consolidación, estudiando la influencia de la geometría de la matriz y la velocidad de calentamiento.
J. Zhang (2010) ^[16]	Estudio del modelado teórico en diferentes técnicas de consolidación eléctrica.
J.M. Montes, F.G. Cuevas, J. Cintas and P. Urban (2014) ^[88]	Modelo unidimensional del proceso de sinterización por resistencia eléctrica. Estudio teórico más completo sobre proceso de sinterización por resistencia eléctrica, comparando las predicciones del modelo propuesto con los resultados experimentales obtenidos.

2.2.4 Modelo de SRE

En esta Tesis se hará uso del modelo teórico del proceso de SRE propuesto por J.M. Montes, F.G. Cuevas, J. Cintas y P. Urban ^[88]. A continuación se describen las hipótesis en las

que se basa el modelo, pero conviene aclarar primero cuál es la geometría del sistema que se modela.

El sistema consiste en una matriz aislante, en la cual se ajustan dos electrodos (superior e inferior) que actúan a su vez de punzones, así como dos obleas en contacto directo con ambos electrodos (superior e inferior). De esta forma, la masa de polvo metálico queda encerrada entre las paredes de la matriz aislante y las dos obleas. Un esquema del montaje descrito se muestra en la Figura 2.12.

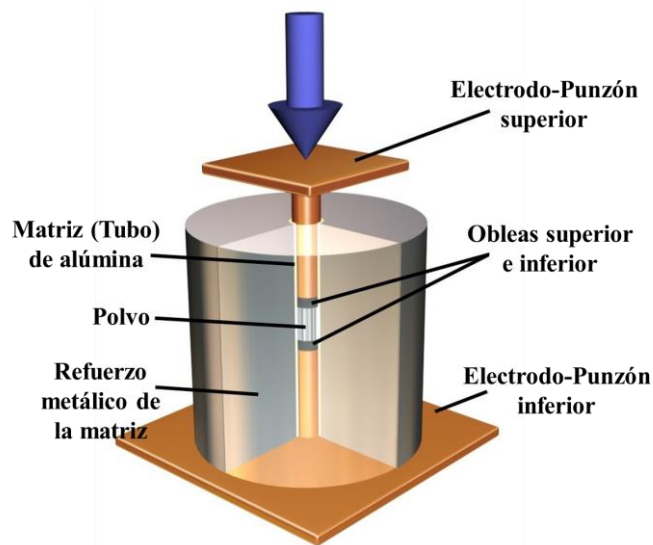


Figura 2.12. Esquema del montaje empleado en la SRE.

Conviene además aclarar las etapas del proceso típico de SRE, las cuales se muestran en la Figura 2.13. El esquema consiste en una *primera etapa de prensado en frío*, durante la cual no pasa corriente a través del polvo; seguida de la *etapa principal de calentamiento*, en la que se aplican simultáneamente presión y corriente; y la *etapa final de enfriamiento*, en la cual se sigue aplicando presión pero ya no pasa corriente eléctrica.

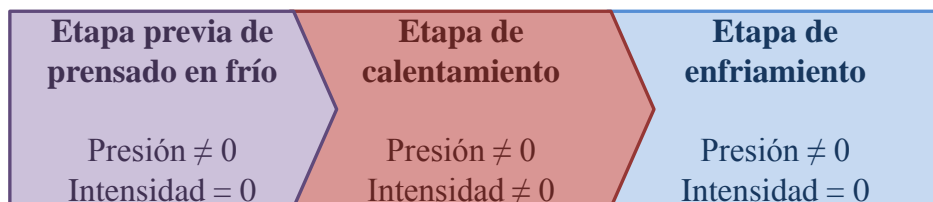


Figura 2.13. Secuencia típica del proceso de SRE.

A continuación se describen las hipótesis de partida establecidas para la resolución del modelo, las cuales se han simplificado del siguiente modo:

C. Geometría del sistema

Hipótesis 1: La superficie lateral de la matriz es completamente rígida, además de aislante térmica y eléctrica.

Hipótesis 2: Los electrodos son de un mismo material conductor. Están constituidos por dos partes: el propio electrodo de longitud $L_2 = L - x_2$, y la oblea de longitud $L_1 = x_2 - x_1$, ambos de idéntica área de sección transversal (S_N) (Figura 2.14).

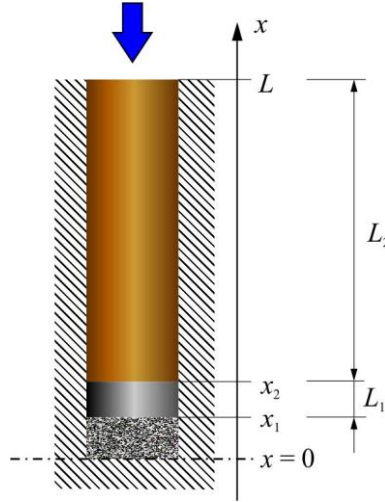


Figura 2.14. Esquema del sistema unidimensional del proceso SRE. El polvo es contenido en la región entre $x=0$ y $x=x_1$. La oblea (L_1) establece el contacto entre el polvo y electrodo (L_2).

Hipótesis 3: La expansión térmica de los materiales presentes en el montaje es despreciable.

D. Condiciones generales

Hipótesis 4: La temperatura inicial del sistema es T_0 .

Hipótesis 5: La variación de la intensidad de corriente efectiva que pasa a través del sistema respecto del tiempo se expresa según la siguiente ecuación:

$$I(t) = \begin{cases} 0 & \text{si } 0 \leq t \leq t_0 \\ I_0 \left(\frac{t-t_0}{t_s-t_0} \right) & \text{si } t_0 < t \leq t_s \\ I_0 & \text{si } t_s < t \leq t_c \\ 0 & \text{si } t_c < t \leq t_T \end{cases} \quad (\text{M1})$$

donde t_0 representa el instante en que termina la etapa previa de prensado en frío, t_s es el instante en el cual comienza la corriente de intensidad constante (I_0), t_c es el final del periodo de calentamiento y t_T el final de la etapa de enfriamiento y, por tanto, el final del proceso de SRE.

Hipótesis 6: La fuerza de compresión (F) ejercida por los punzones, comienza en el instante de tiempo $t=0$ y se mantiene constante hasta el final del proceso (instante $t=t_T$). Para la fuerza F , el valor de la presión nominal ejercida resulta:

$$P_N = F/S_N \quad (M2)$$

E. Características de los materiales

Hipótesis 7: Las propiedades (calor específico, c_m , conductividad térmica, k_m , y resistividad eléctrica, ρ_m) de todos los materiales en el sistema (polvo, punzones y matriz) dependen de la temperatura:

$$c_m = c_m(T), \quad k_m = k_m(T) \quad \text{y} \quad \rho_m = \rho_m(T) \quad (M3)$$

(La dependencia exacta, de cada uno de los parámetros con la temperatura, es modelada a partir de datos tabulados y funciones de interpolación adecuadas).

En el caso del calor específico (c_m), su relación con la temperatura, Ecuación (M4a), requiere una consideración especial, ya que tiene en cuenta las transformaciones de fase que sufre el polvo al sinterizar. Para evaluar este parámetro $c_m(T)$, es necesario emplear la Ecuación (M4b), una aproximación numérica del cambio de temperaturas en el punto de transformación de fase.

$$c_m(T) = \zeta_m(T) + \sum_i \delta_D(T - T_i) \cdot L_i \quad (M4a)$$

donde ζ_m es el calor específico propio del material, L_i (J/kg) el calor latente del polvo en las transformaciones que sufre a la temperatura T_i , y δ_D la función Delta de Dirac, Ecuación (M4b).

$$\delta_D(T - T_i) \approx \frac{1}{\varepsilon \sqrt{\pi}} \exp\left(-\left(\frac{T - T_i}{\varepsilon}\right)^2\right) \quad (M4b)$$

donde T_i es la temperatura de transición del cambio de fase, ε un coeficiente que representa la amplitud media de la curva, y δ_D la función Delta de Dirac.

Hipótesis 8: En cuanto a las capas de óxido que rodean las partículas de polvo, la única relación con la temperatura a tener en cuenta es la de la resistividad eléctrica (ρ_x), la cual se muestra en la Ecuación (M5).

$$\rho_x(T) = A_x \exp(E_x/(2RT)) \quad (M5)$$

donde A_x ($\Omega \cdot m$) es una constante que depende de la naturaleza del material, E_x (J/mol) es el salto energético entre bandas y R es la constante de los gases.

Hipótesis 9: Las propiedades efectivas o aparentes (densidad, γ , calor específico, c resistividad eléctrica, ρ , y conductividad eléctrica, k) de cualquier volumen del polvo compactado dependen de su nivel porosidad (θ) según las ecuaciones a continuación ^[92, 93].

$$\gamma = \gamma_m (1 - \theta) \quad (\text{M6})$$

$$c = c_m \quad (\text{M7})$$

$$\rho = \rho_m \left[\left(1 - \theta / \Theta_M \right)^{-\frac{3}{2}} + \frac{6}{\pi} \alpha \left(1 - \theta / \Theta_M \right)^{-\frac{1}{2}} \right] \quad (\text{M8a})$$

$$\alpha = \alpha_M \exp \left(-m_d \left(1 - \theta / \Theta_M \right)^{n_d} \right); \quad \alpha_M = \frac{\rho_x \delta}{\rho_m r} \quad (\text{M8b})$$

$$k = k_m \left(1 - \theta / \Theta_M \right)^{\frac{3}{2}} \quad (\text{M9})$$

donde γ_m , c_m , ρ_m y k_m son las propiedades globales del material, y ρ_x es la resistividad eléctrica del óxido que recubre las partículas de polvo. El polvo es caracterizado por su porosidad de golpeo (Θ_M) el radio de las partículas (r) y el espesor de las capas de óxido que se forman en la superficie de estas partículas (δ). Y dos parámetros dimensionales, m_d y n_d , que permiten tener en cuenta en el modelo teórico el fenómeno de eliminación de la capa de óxido durante la compresión.

F. Prensado en frío

Hipótesis 10: Al finalizar la etapa previa de compresión sin paso de corriente eléctrica, la columna de polvo adquiere una porosidad Θ_0 , alcanzando una altura H_0 y con una resistencia eléctrica R_0 , cuyas expresiones vienen dadas por las siguientes ecuaciones ^[94].

$$\Theta_0 = \Theta_\infty + (\Theta_M - \Theta_\infty) \exp \left(- (P_N / a)^b \right) \quad (\text{M10})$$

$$H_0 = M / (S_N (1 - \Theta_0) \gamma_m) \quad (\text{M11})$$

$$R_0 = \rho_0 H_0 / S_N \quad (\text{M12})$$

$$T(\vec{r}, t) = T_0, \text{ en todo el sistema} \quad (\text{M13})$$

donde Θ_∞ , a y b son los parámetros de ajuste de la curva de compresibilidad del polvo obtenidos mediante ajuste Secondi, M es la masa de polvo, y ρ_0 la resistividad para la porosidad Θ_0 .

G. Calentamiento y consolidación

Aunque la descripción de la evolución de la distribución de temperaturas en el sistema completo y de la densificación del polvo son problemas ligados entre sí y que, por tanto, requieren una resolución simultánea de sus ecuaciones, en este modelo se ha optado por la resolución de ambos problemas de forma independiente, con la posterior evaluación global de estas propiedades.

Hipótesis 11: Durante las etapas de calentamiento y consolidación, el polvo densifica siguiendo la ley:

$$\frac{\dot{\theta}}{\theta} = -\frac{A_c}{T} \cdot \left(\frac{P_N}{E_m} \cdot \frac{\sqrt{\theta/\Theta_M}}{1-\theta/\Theta_M} \right)^{n_c} \cdot \exp\left(-\frac{Q_c}{RT}\right) \quad (\text{M14a})$$

donde T es la temperatura, A_c es el factor pre-exponencial de la ley de fluencia de Norton, n_c y Q_c son el exponente y la energía de activación de fluencia para el material completamente densificado, R es la constante de los gases y E_m el módulo de Young a temperatura ambiente (considerada al tomar A_c constante dimensional).

La condición inicial para el volumen completo ocupado por el polvo es:

$$\theta(t = t_0) = \Theta_0 \quad (\text{M14b})$$

Hipótesis 12: La variación de volumen, dv , de una región de la columna de polvo, producida por una variación de porosidad $d\theta$, viene dada por la siguiente expresión:

$$dv = v_0 (1 - \Theta_0) \frac{d\theta}{(1 - \theta)^2} \quad (\text{M15})$$

donde θ es la porosidad local, y v_0 es el volumen inicial de la región considerada cuando la porosidad era de Θ_0 .

Hipótesis 13: La distribución de temperaturas en el sistema se calcula resolviendo el siguiente problema térmico.

$$\frac{\partial}{\partial t}(\gamma c T) = \vec{\nabla} \cdot (k \vec{\nabla} T) + \frac{I^2 \rho}{S_N^2} \quad (\text{M16a})$$

$$\blacksquare \quad \text{Simetría especular: } \nabla T|_{x=0} = 0 \quad (\text{M16b})$$

$$\blacksquare \quad \text{Electrodos refrigerados: } T(x = L, t) = T_0, \text{ para } t_0 < t \leq t_T \quad (\text{M16c})$$

$$\blacksquare \quad \text{Condición inicial: } T(\vec{r}, 0) = T_0, \text{ en todo el sistema} \quad (\text{M16d})$$

donde los coeficientes γ (densidad), c (calor específico), k (conductividad térmica) y ρ (resistividad eléctrica) son funciones que dependen de la posición y la temperatura. El problema se completa con las condiciones iniciales (M16d) y condiciones de contorno (M16b,c).

Aunque el problema de transferencia de calor presente en el sistema se resuelve a partir de ecuaciones diferenciales de segundo orden ^[95, 96], en este caso, los términos de transferencia de calor por convección y radiación no se tienen en cuenta, ya que suponen una cantidad muy baja respecto al total de energía transferida. Así, la ecuación se reduce a solo dos términos: el calor transferido por conducción y el calor generado por efecto Joule, Ecuaciones (M16).

H. Evolución de las propiedades globales

Hipótesis 14: La evolución de las propiedades globales del compacto durante el proceso SRE, desde $t=t_0$ hasta $t=t_T$, se calcula a partir de las integrales promedias:

$$\Theta(t) = \frac{1}{V_1} \int_{V_1} \theta(t) dV \quad (M17)$$

$$H(t) = H_0 \left(\frac{1 - \Theta_0}{1 - \Theta(t)} \right) \cos^{-1} \theta \quad (M18)$$

$$T(t) = \frac{1}{V_1} \int_{V_1} T(t) dV \quad (M19)$$

$$R(t) = \frac{H(t)}{S_N V_1} \int_{V_1} \rho_l(t) dV \quad (M20)$$

$$E(t) = \frac{1}{M} \int_{t_0}^t I^2(t) \cdot R(t) dt \quad (M21)$$

donde H es la altura del compacto, Θ es la porosidad global, T es la temperatura media, R es la resistencia eléctrica global y E es la energía térmica disipada por unidad de masa. El volumen V_1 representa la región ocupada por el polvo.

En la Tabla 2.4 se resumen las hipótesis en las que se basa el modelo de SRE.

Tabla 2.4. Resumen de las ecuaciones principales del modelo teórico que describen el proceso SRE.

MODELO TEÓRICO DEL PROCESO SRE				
PROPIEDADES DE LOS MATERIALES				
Densidad	$\gamma = \gamma_m (1 - \theta)$			
Calor específico	$c = c_m$			
Resistividad eléctrica	$\rho = \rho_m \left[(1 - \theta / \Theta_M)^{-\frac{3}{2}} + \frac{6}{\pi} \alpha (1 - \theta / \Theta_M)^{-\frac{1}{2}} \right]$	$\alpha = \left(\frac{\rho_x \delta}{\rho_m r} \right) \exp \left(-m_d (1 - \theta / \Theta_M)^{n_d} \right)$		
Conductividad eléctrica	$k = k_m (1 - \theta / \Theta_M)^{\frac{3}{2}}$			
donde γ_m , ρ_m , c_m y k_m son la densidad, el calor específico, la resistividad eléctrica y la conductividad térmica de la masa de material estudiado; ρ_x la resistividad eléctrica de las capas de óxido formadas en la superficie de las partículas del polvo; Θ_M , r y δ la porosidad de golpeo, el valor medio del radio de las partículas de polvo y el espesor de la capa de óxido; y m_d y n_d parámetros definidos para describir el proceso de eliminación de las capas de óxido de las partículas de polvo durante el proceso SRE.				
ECUACIONES MODELO TEÓRICO DEL PROCESO SRE				
A) DURANTE LA ETAPA PREVIA PRENSADO EN FRÍO ($0 < t \leq t_0$)				
$\Theta_0 = \Theta_\infty + (\Theta_M - \Theta_\infty) \exp \left(- (P_N / a)^b \right)$	$R_0 = \rho_0 H_0 / S_N$	$H_0 = M / (S_N (1 - \Theta_0) \gamma_m)$	$T(\vec{r}, t) = T_0$, en todo el sistema	
donde Θ_∞ , a y b son los parámetros de ajuste de la curva de compresibilidad del polvo obtenidos mediante ajuste Secondi, M es la masa de polvo, y ρ_0 la resistividad evaluada la Ecuación (M8) en t_0 .				
B) A PARTIR DEL COMIENZO DE PASO DE CORRIENTE ($t > 0$): Etapa principal de Calentamiento y Etapa final de Enfriamiento				
Evolución de la temperatura del polvo/compacto:	$\frac{\partial}{\partial t} (\gamma c T) = \vec{\nabla} \cdot (k \vec{\nabla} T) + \frac{I^2 \rho}{S_N^2}$	$\nabla T _{x=0} = 0$	$T(x = L, t) = T_0$, para $t_0 < t \leq t_T$	$T(\vec{r}, 0) = T_0$, en todo el sistema
donde los coeficientes γ (densidad), c (calor específico), k (conductividad) y ρ (resistividad eléctrica) son funciones de la posición y la temperatura.				
Evolución de la densificación del polvo/compacto:	$\frac{\dot{\theta}}{\theta} = -\frac{A_c}{T} \cdot \left(\frac{P_N}{E_m} \cdot \frac{\sqrt{\theta / \Theta_M}}{1 - \theta / \Theta_M} \right)^{n_c} \cdot \exp \left(-\frac{Q_c}{RT} \right)$	$\theta(t = t_0) = \Theta_0$	$dv = v_0 (1 - \Theta_0) \frac{d\theta}{(1 - \theta)^2}$	
donde A_c es una constante del material, n_c y Q_c son el exponente y la energía de activación de fluencia para el material 100% densificado, R es la constante de los gases y E_m el módulo de Young; v es el volumen aparente de la región considerada alrededor del punto x , y v_0 el volumen de la región en el instante t_0 .				
Evolución del propiedades globales del compacto:	$H(t) = H_0 \left(\frac{1 - \Theta_0}{1 - \Theta(t)} \right)$	$T(t) = \frac{1}{V_1} \int_{V_1} T(t) dV$	$\Theta(t) = \frac{1}{V_1} \int_{V_1} \theta(t) dV$	$R(t) = \frac{H(t)}{S_N V_1} \int_{V_1} \rho_l(t) dV$
				$E(t) = \frac{1}{M} \int_{t_0}^t I^2(t) \cdot R(t) dt$

2.2.5 Limitaciones del modelo

Ciertos fenómenos complejos han sido ignorados en el modelo. Así, la aplicabilidad del modelo descrito en el apartado 2.2.4 es limitada.

La *hipótesis 1* del modelo de SRE supone que las paredes de la matriz son perfectamente rígidas, además de aislantes eléctrica y térmicamente. A partir de los experimentos de SRE llevados a cabo empleando presiones de 80, 90 y 100 MPa, la no deformabilidad de la matriz está garantizada. Esto se debe al bajo módulo de compresión de la alúmina y a que el esfuerzo es soportado por el zuncho que rodea y contiene a la matriz en su interior.

Por otra parte, el aislamiento eléctrico de la alúmina es perfectamente satisfecho, lo cual no ocurre, en el mismo grado, con el aislamiento térmico. La resistividad eléctrica de la alúmina a temperatura ambiente es de aproximadamente $10^{14} \Omega \cdot \text{m}$. Y aunque este valor, al llegar a temperaturas de 800 K, disminuye cerca de 4 órdenes de magnitud ($\sim 10^{10} \Omega \cdot \text{m}$), sigue siendo suficientemente alto. Sin embargo, el aislamiento térmico no es bueno, ya que la conductividad térmica de la alúmina es de $30 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ a temperatura ambiente, y disminuye hasta $9 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ cuando la temperatura alcanza valores próximos a los 800 K. Aunque estos valores son claramente inferiores a los que presentan los materiales metálicos, no es posible garantizar un aislamiento térmico perfecto, tal y como el modelo supone. Así pues, la primera desviación del modelo teórico es debida a las pérdidas térmicas en las paredes de la matriz. Este hecho implica que la temperatura en la sección de la muestra no es constante. El modelo unidimensional de SRE no es capaz de predecir una distribución de temperaturas no laminar (Figura 2.15a), ni la formación de un núcleo de metal fundido con forma ovalada en el interior de algunos compactos (Figura 2.15b), observado en algunas experiencias llevadas a cabo para el caso del hierro y el níquel. Únicamente la aproximación de dos dimensiones podría ser capaz de reproducir este fenómeno. No obstante, el modelo unidimensional puede predecir la fusión parcial de una determinada sección del compacto.

La *hipótesis 3* no tiene en cuenta la dilatación térmica del material. Si la expansión térmica de la matriz cerámica se tiene en cuenta, debería modificarse la presión. En particular, una variación de temperatura entre 300 y 800 K en la matriz de alúmina sin zuncho, produce una deformación del 0.4% en el diámetro interior de la matriz (de 12 a 12.048 mm). El cambio de presión resultante de dicha deformación puede ser casi inapreciable. En ese caso, las desviaciones previstas a causa del incumplimiento de la *hipótesis 3* son menos importantes.

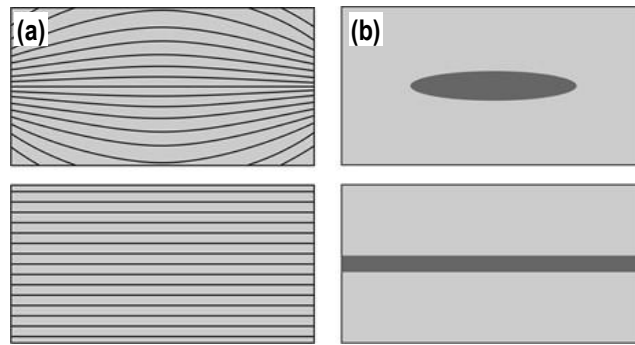


Figura 2.15. Limitaciones del modelo de SRE como consecuencia del mal aislamiento térmico de las paredes de la matriz: a) líneas isotérmicas en una sección diametral de un compacto (arriba) y predicción teórica (abajo); b) núcleo fundido observado en algunas muestras de hierro (arriba) y predicción teórica (abajo).

En cuanto a la *hipótesis 5*, la intensidad de corriente conlleva unos efectos de mayor importancia debidos al aumento y regulación de la corriente eléctrica que pasa a través del sistema. Al estar la técnica SRE basada en el calor generado por efecto Joule, todo lo relacionado con la intensidad de corriente eléctrica supone un aspecto fundamental a tener en cuenta en el análisis del proceso. Así pues, existen dos desviaciones posibles respecto a lo propuesto en la *hipótesis 5*: la primera deriva del hecho de que la corriente inicial no presenta una rampa lineal exacta, tal y como supone el modelo; y la segunda, es consecuencia de la regulación del valor de la intensidad de corriente, que no asciende lo suficientemente rápido. La Figura 2.16 muestra la evolución típica de la intensidad para una experiencia de SRE completa.

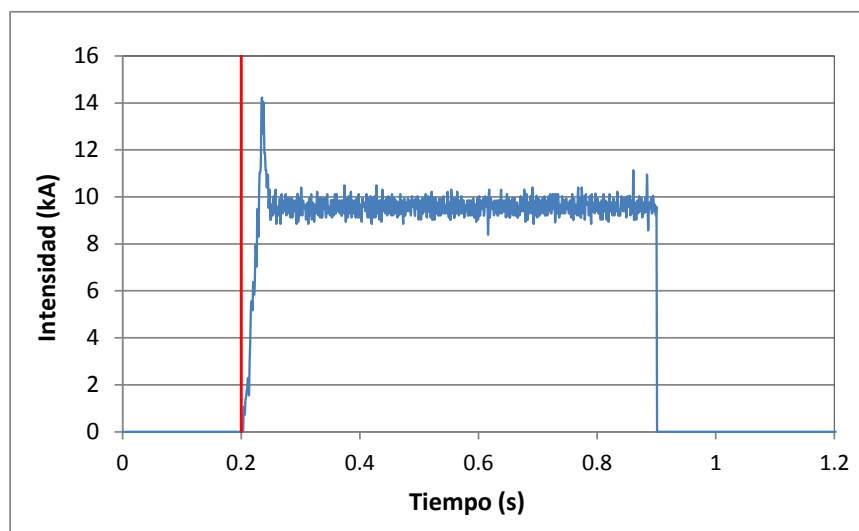


Figura 2.16. Evolución de la Intensidad de corriente durante un proceso de SRE. La línea vertical marca el comienzo del paso de la corriente eléctrica (inicio de la etapa de calentamiento).

Se observa que el crecimiento de la intensidad y su valor máximo no coinciden exactamente con el del perfil previsto según el modelo teórico, de hecho, el valor de regulación es con frecuencia sobrepasado durante la etapa de aumento de la intensidad. Sin embargo, estas desviaciones pueden ser compensadas en el modelo con una adecuada elección del tiempo de crecimiento (τ_s). Un posible criterio de elección del valor de este parámetro puede ser que el área bajo la curva de intensidad real coincida con el área bajo la teórica prevista por el modelo (descrita en la Ecuación (M1), apartado 2.2.4). Matemáticamente, esto implica que:

$$\tau_s = 2 \left(\tau_c - \frac{S}{I_0} \right)$$

donde τ_c es el tiempo de duración de la etapa de calentamiento, S el área bajo la curva experimental e I_0 el valor de la intensidad de corriente establecido.

La constancia de la fuerza aplicada durante el proceso, tal y como se supone en la hipótesis 6, también requiere especial atención. En la Figura 2.17 se ha representado la evolución típica de la fuerza durante una experiencia de SRE.

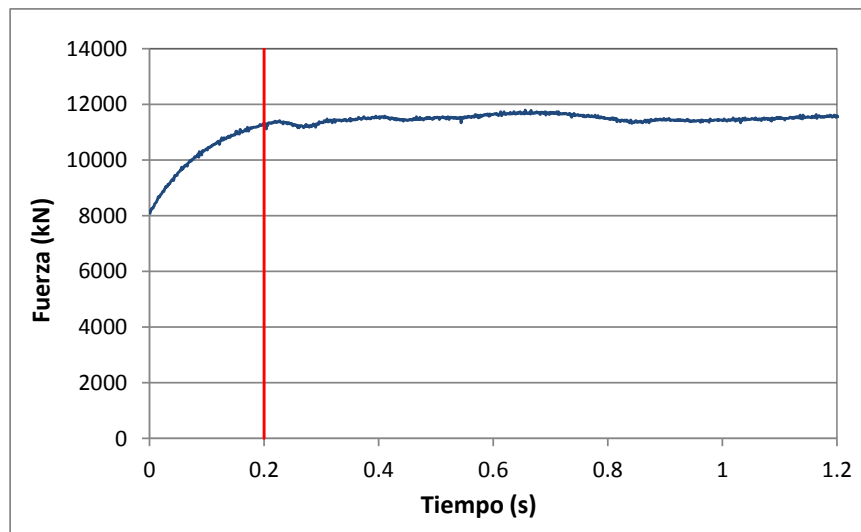


Figura 2.17. Fuerza aplicada registrada durante una experiencia de SRE. La línea vertical marca el comienzo del paso de la corriente eléctrica (inicio de la etapa de calentamiento).

En la Figura 2.17 se puede ver que, a partir del comienzo de paso de corriente eléctrica, la hipótesis de fuerza constante es aceptable. Las ligeras variaciones que se observan en la curva durante la etapa de calentamiento, son consecuencia del notable desplazamiento de los punzones debido a la gran densificación de la masa de polvo al consolidar. No obstante, la regulación de la fuerza es satisfactoria.

Por otra parte, la *hipótesis 10* acepta que tras la etapa de prensado en frío, debido a la aplicación de una presión de compresión previa a la etapa de calentamiento, el valor de la porosidad de toda la columna de polvo es Θ_0 . En la práctica, es sabido que esto no ocurre realmente así, sino que existe cierta falta de uniformidad en la distribución de la porosidad inicial producida durante el proceso de prensado en frío, y cuyos efectos, actualmente, están cobrando importancia en los modelos teóricos desarrollados. Esta distribución de porosidad inicial se tiene, con frecuencia, en aplicaciones industriales, debido a que el polvo no es previamente vibrado en interior de la matriz. En el caso de las experiencias de SRE, los polvos siempre son previamente vibrados en el interior de la matriz, con lo cual se consigue minimizar de forma significativa la falta de uniformidad en la distribución de porosidad. Sin embargo, a pesar de partir de una distribución inicial uniforme, esta uniformidad desaparece una vez que comienza a aplicarse presión, siendo aún peor en el caso de la compresión uniaxial. Ninguno de estos aspectos ha sido tenido en cuenta en el modelo unidimensional utilizado aquí.

Otro punto a tener en cuenta, y que no ha sido considerado por el modelo teórico, son la formación, evacuación y confinamiento de gases que puede tener lugar durante el calentamiento del polvo. Estos gases se forman por la reacción del polvo con la atmósfera, o por la liberación de posibles gases confinados entre las partículas de polvo, y su influencia en el proceso de SRE puede ser muy importante debido a las altas temperaturas locales alcanzadas.

Por último, una cuestión que no ha sido considerada es la evolución del tamaño de grano del material sinterizado. Uno de las principales ventajas de las técnicas de sinterización eléctrica es la capacidad de preservar la nanoestructura del material de partida. La inhibición o atenuación del crecimiento de grano es consecuencia de la extraordinariamente alta velocidad de esta técnica. La evolución del tamaño de grano es de interés debido a su influencia sobre las propiedades mecánicas. Las implicaciones de gran alcance de este aspecto justifican futuros estudios experimentales y teóricos.

2.2.6 El Simulador

Las estrategias y algoritmos numéricos descritos en las secciones anteriores han sido implementados con Microsoft Visual Basic 6.0 © para conformar una herramienta de simulación del proceso de sinterización por resistencia eléctrica (SRE).

Dicha herramienta (*SimSRE*) no solo permite actuar con gran flexibilidad en la elección de las condiciones de trabajo y demás parámetros, sino que, además, con ella es posi-

ble encontrar las condiciones de procesamiento más idóneas para lograr determinados requerimientos. Estas condiciones hipotéticas servirán, lógicamente, como punto de partida para experiencias reales; con la diferencia de que el problema estará, desde el comienzo, bien enfocado y se reducirá considerablemente el número de ensayos necesarios (y su coste). El empleo que se hará del simulador en esta investigación, no obstante, será algo menos ambicioso; el objetivo será probar la validez de sus predicciones teóricas mediante la contrastación con los resultados obtenidos experimentalmente en las experiencias reales analizadas en el Capítulo 6. Esta será la tarea del apartado 6.7, ya que aquí solo se comentarán las características principales de esta herramienta.

A. La interfaz de usuario

La interfaz del Simulador (Figura 2.18) consiste en un conjunto de dos ventanas gráficas en las que se representan, para las magnitudes locales, su evolución y su distribución, y para las magnitudes globales o medias, su evolución, una vez procesadas las ecuaciones del modelo.

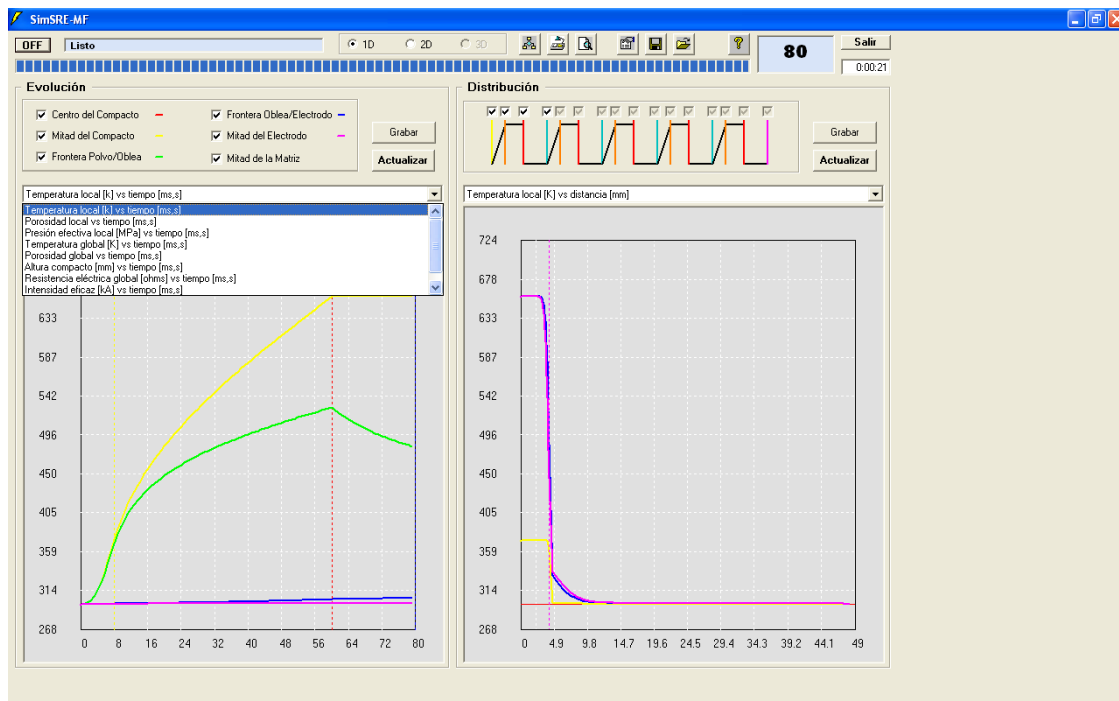


Figura 2.18. Interfaz del programa de simulación *SimSRE*, mostrando un desplegable con las distintas opciones de representación locales y globales.

Para las gráficas de distribución de las magnitudes locales, un conjunto de selectores permite elegir los instantes de tiempo en los que se desea ver la distribución. De igual mo-

do, para las curvas de evolución, otro conjunto de selectores permite seleccionar las posiciones (distancias respecto del origen del sistema) para los que se desea ver la evolución de dichas magnitudes. La Figura 2.19 muestra este conjunto de selectores.

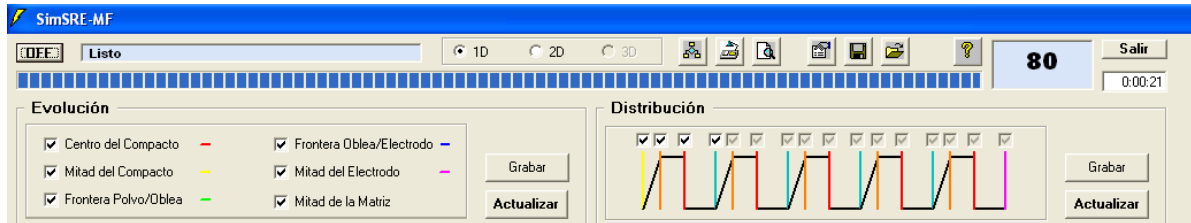


Figura 2.19. Conjunto de opciones para las curvas de evolución y distribución: a la izquierda, selectores de la posición del punto de inspección de propiedades locales; a la derecha, selector del tipo de tren de pulsos de corriente de trabajo (un solo pulso, o varios).

La simulación comienza tras pulsar el botón ON. El progreso del proceso se muestra gráficamente con ayuda de una barra de progresos y con un marcador del porcentaje de trabajo realizado. Un contador indica el tiempo consumido hasta el momento. Concluidos los cálculos, se representan automáticamente las curvas con las opciones que tiene establecido el programa por defecto. Llegado a este punto, el usuario puede elegir entre grabar los resultados, pulsando el botón Grabar, o modificar los parámetros físicos o numéricos para lanzar una nueva simulación.

B. Las ventanas de edición

Las condiciones de trabajo (intensidad de regulación, presión, materiales del punzón, del polvo, etc.) se introducen en la ventana que se despliega al pulsar el botón Físicos. Los parámetros específicos para el cálculo numérico se introducen en la ventana que se despliega al pulsar el botón Numéricos. La edición de dichos parámetros puede también hacerse directamente, con el bloc de notas. A esta opción se accede pulsando el botón Bloc de Notas de la misma ventana. La Figura 2.20 muestra las ventanas referidas.

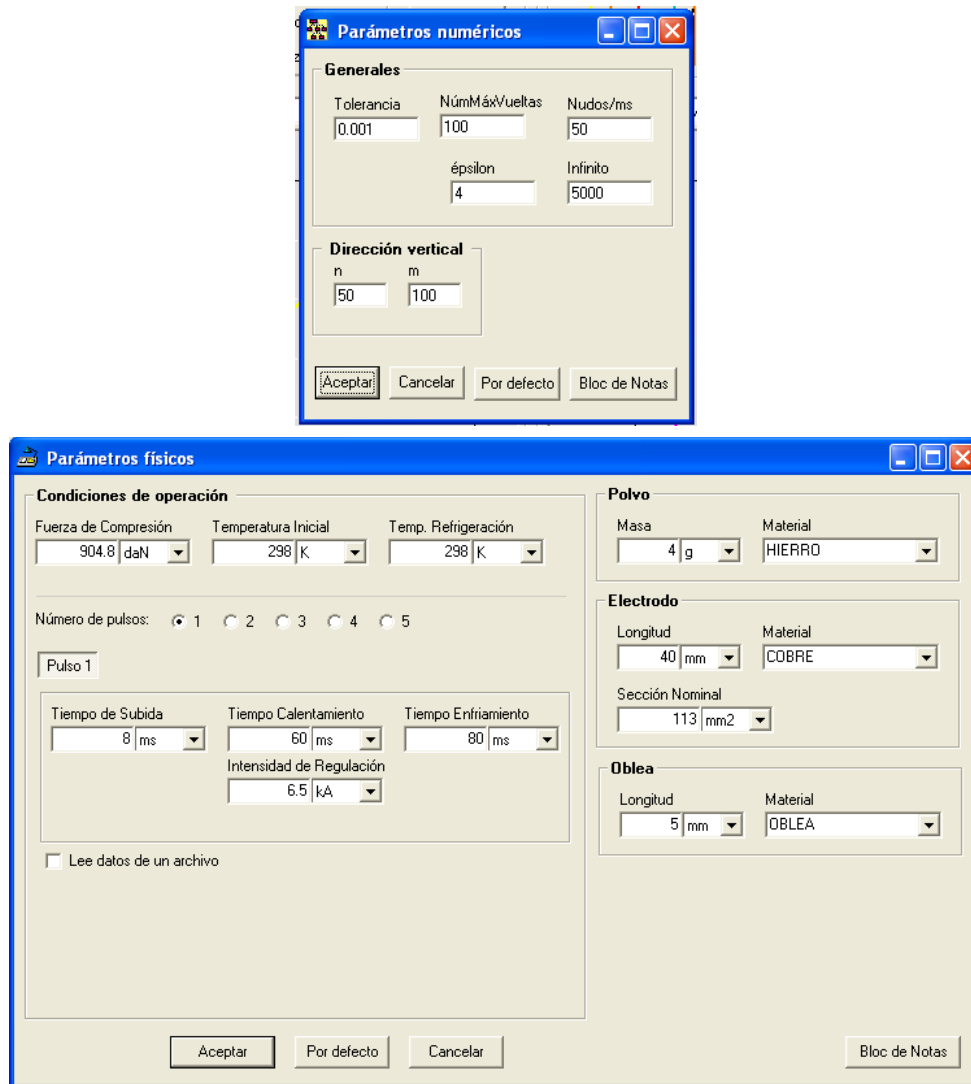


Figura 2.20. Ventanas de introducción de parámetros numéricos (arriba) y físicos (abajo). El panel de parámetros físicos permite la elección cómoda de la unidad en la que se expresa el valor introducido.

El simulador permite editar, además, las dependencias térmicas de las distintas propiedades de los diferentes materiales que constituyen el sistema, mediante la ventana que se despliega al pulsar el botón **Materiales** (Figura 2.21).

Los parámetros físicos se almacenan en el archivo de texto *Parámetros.FIS*; los parámetros numéricos en el archivo *Parámetros.NUM*. Las dependencias térmicas de los diferentes materiales se hallan almacenadas en ficheros de texto con extensión *.MTL* y nombre el correspondiente al material.

Edición de propiedades de los materiales

Material
 Material: **HIERRO**

Morfometría
 QM: 0.645 Radio Promedio: 39 Espesor óxido: 4.5 md: 13.6786 nd: 0.2494

Metal

T [K]	L [J/kg]
1185	16000
1667	15000
1809	247000

T [K]	c [J/(kg·K)]
175	350
250	425
300	450
350	471
400	490
500	532
600	574

T [K]	k [W/(m·K)]
250	86.5
300	80.2
350	74.4
400	69.5
500	61.3
600	54.7
800	43.3

T [K]	ρ [Ohm·m]
273	8.57E-8
293	9.61E-8
300	9.98E-8
350	1.61E-7
373	1.47E-7
400	1.61E-7
473	2.26E-7

Óxido

Resistividad [Ohm·m]
 AX: 5.7876E+00 EX: 2.9307E+04

Comportamiento bajo deformación en frío
 Qinf [-]: 0.016 aaS [Pa]: 304.932 bSS [-]: 0.7967

Comportamiento bajo deformación en caliente
 ATF [-]: 1E29 nTF [-]: 4.5 QAD [J/mol]: 192593 EY [Pa]: 211E09

Aceptar Ver Archivo Cancelar Bloc Notas

Figura 2.21. Ventana de edición de parámetros termodinámicos y mecánicos de los materiales que constituyen en el sistema.

C. La ventana de grabación de resultados

Siempre es posible almacenar los datos resultantes de una simulación pulsando el botón Grabar. Los datos pueden almacenarse completos, o cribados mediante alguno de los filtros que muestra la ventana de grabación. Los datos se almacenan en archivos de textos, que pueden ser fácilmente importados por cualquier programa de hoja de cálculos. La Figura 2.22 muestra la ventana de grabación.

Grabación de Resultados

UNIDADES

Tiempo: ciclos Temperatura: K Resistencia: mOhmios
 Posición: mm Presión: MPa Porosidad: fracción
 Intensidad: kA Energía: kJ

☐ Cribar Datos ☒ No cribar datos

☒ Globales y Locales ☐ Sólo Globales

☒ Temperatura ☒ Porosidad ☒ Presión

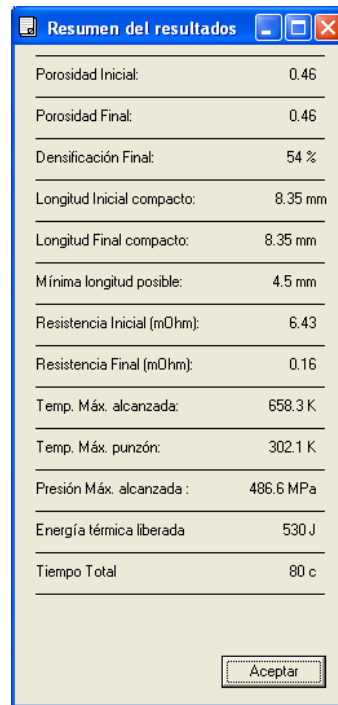
Nombre del archivo:
 HIERRO

Proceder Cancelar

Figura 2.22. Ventana de grabación de resultados.

D. La ventana del informe final

Esta ventana ofrece un resumen con información relevante acerca del proceso simulado. Estos datos también son almacenados cuando se graba una simulación. La información ofrecida se muestra en la Figura 2.23.



The image shows a software window titled 'Resumen del resultados' (Summary of results). It contains a table with 14 rows of simulation data. At the bottom right of the window is an 'Aceptar' (Accept) button.

Resumen del resultados	
Porosidad Inicial:	0.46
Porosidad Final:	0.46
Densificación Final:	54 %
Longitud Inicial compacto:	8.35 mm
Longitud Final compacto:	8.35 mm
Mínima longitud posible:	4.5 mm
Resistencia Inicial (mOhm):	6.43
Resistencia Final (mOhm):	0.16
Temp. Máx. alcanzada:	658.3 K
Temp. Máx. punzón:	302.1 K
Presión Máx. alcanzada :	486.6 MPa
Energía térmica liberada	530 J
Tiempo Total	80 c

Aceptar

Figura 2.23. Ventana de informe de resultados.

Capítulo 3

DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO DE SRE-MF

3.1 La máquina de SRE-MF

La modalidad de sinterización eléctrica que se desea implementar aprovecha como fuente de calor la energía térmica generada por efecto Joule en el propio agregado de polvo. La potencia P , disipada en forma de calor por la masa de polvo o compacto, es proporcional a la resistencia eléctrica del material R (debida a la propia naturaleza resistiva del polvo y a las resistencias de contacto entre partículas), así como al cuadrado de la intensidad de corriente I que atraviesa esta masa. Es decir:

$$P = I^2 \cdot R$$

Para lograr que el material alcance altas temperaturas y pueda sinterizar, es necesaria una cantidad importante de calor disipado por efecto Joule. En principio, para conseguir esta cantidad de energía, interesa que la resistencia eléctrica y la intensidad de corriente tomen los valores más altos posibles. Sin embargo, al tener en cuenta que ha de cumplirse la ley de Ohm ($V = I \cdot R$), aparecen restricciones en este sentido.

Teniendo en cuenta que el valor de la potencia P viene fijado por las características técnicas del equipo, solo si la resistencia eléctrica de los polvos es pequeña (como ocurre en el caso de los polvos metálicos y, por tanto, buenos conductores), se podrán conseguir valores grandes de intensidad, y así aumentar la temperatura hasta alcanzar los valores necesarios para la sinterización. Por tanto, es necesario un equipo que permita aplicar una tensión lo más alta posible, así como una fuerte intensidad de corriente.

Afortunadamente, aunque no existen equipos comerciales para la sinterización por resistencia eléctrica, sí hay equipos que cumplen las características técnicas necesarias, tanto eléctricas como mecánicas: las máquinas destinadas a la soldadura por resistencia. Una máquina de soldadura por resistencia es capaz de proporcionar una alta intensidad de corriente, así como una compresión simultánea, gobernado todo por un sistema de control electrónico. Desde el punto de vista eléctrico, la máquina de soldadura por resistencia consta, esencialmente, de un transformador de gran potencia (en torno a los 100 kVA), cuyo secundario tiene, en general, una sola espira y suministra una tensión secundaria en torno a los 10 V e intensidades máximas que superan los 20 kA. La máquina de soldadura incorpora, además, un actuador eléctrico que permite efectuar compresión. La presión es necesaria en el proceso de SRE, para garantizar el contacto eléctrico y conseguir la densificación del polvo. Esta presión de compactación, además, debe ser fácilmente graduable y

debe estar coordinada con el paso de corriente, características que ya poseen las máquinas de soldadura convencionales.

No obstante, se requieren algunas adaptaciones en el sistema de control electrónico, así como nuevos elementos y sensores que permitan el seguimiento de los parámetros relevantes del proceso. El primer objetivo de esta investigación (Capítulo 1, apartado 1.3) ha sido el desarrollo de una máquina de SRE-MF, partiendo del novedoso equipamiento desarrollado para las aplicaciones de la soldadura por resistencia de media frecuencia. Este capítulo se centra en la descripción de las modificaciones y adaptaciones realizadas en la máquina de soldadura para convertirla en máquina de SRE-MF.

Para esta investigación se ha utilizado una máquina de soldadura por resistencia eléctrica tipo prensa, del fabricante español Serra Soldadura S.A., modelo Beta-214 MF (Figura 3.1). A continuación se describen en detalle el equipo, todos los útiles empleados y los elementos adicionales incorporados.

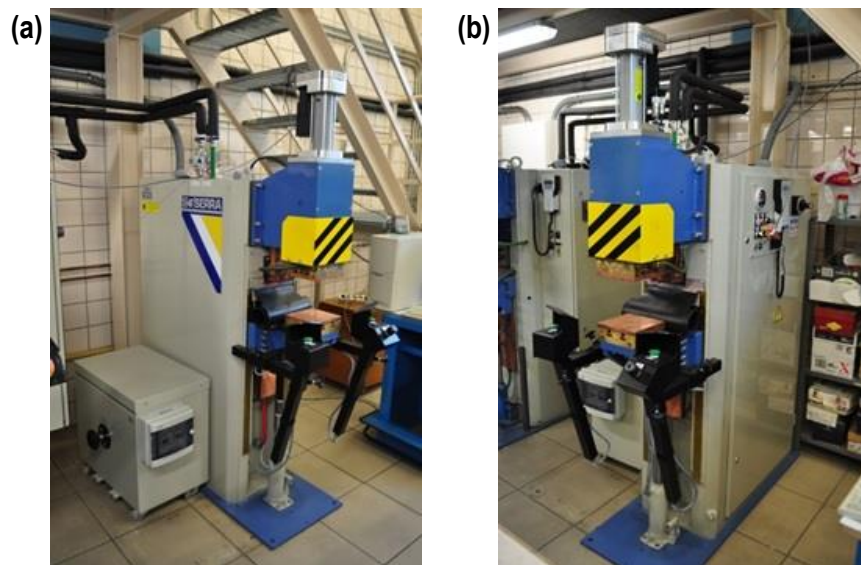


Figura 3.1. Máquina de soldadura por resistencia eléctrica (Beta-214 MF) adaptada para actuar como máquina de SRE-MF. Vistas: a) izquierda y b) derecha del equipo.

3.1.1 Componentes mecánicos

A. Unidad de esfuerzo

La unidad de esfuerzo de la máquina consiste en un actuador eléctrico, y su función es ejercer el esfuerzo de compresión necesario para conseguir una soldadura óptima (Figura 3.2). Este sistema permite ejercer fuerzas de hasta un máximo de 1500 daN, y un

desplazamiento máximo del cabezal superior de 100 mm. El control de la unidad mecánica se realiza a través del dispositivo PES-20, que se describirá en el apartado 3.1.2.C.

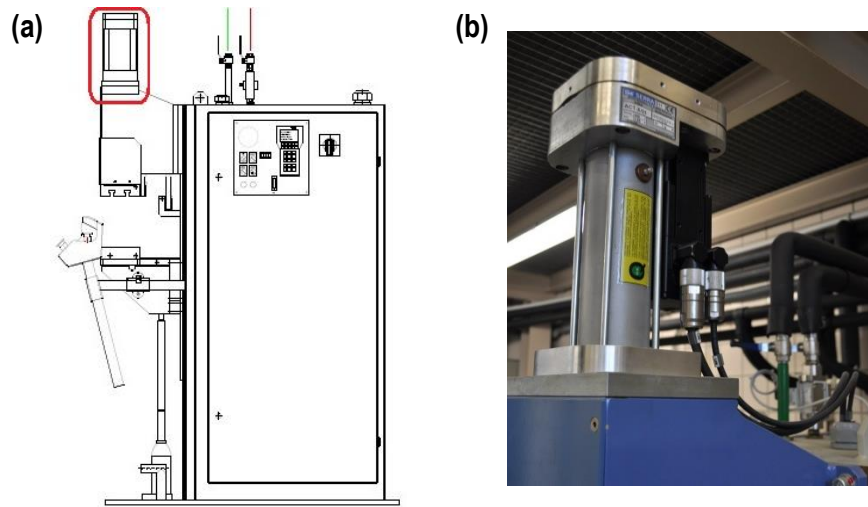


Figura 3.2. a) Ubicación y b) detalle de la unidad de esfuerzo eléctrica.

B. Unidad de desplazamiento de guías

En la siguiente figura se muestran las bancadas superior (móvil) e inferior (fija) de la máquina. La ubicación de ambos elementos se puede ver en el esquema de la Figura 3.3a.

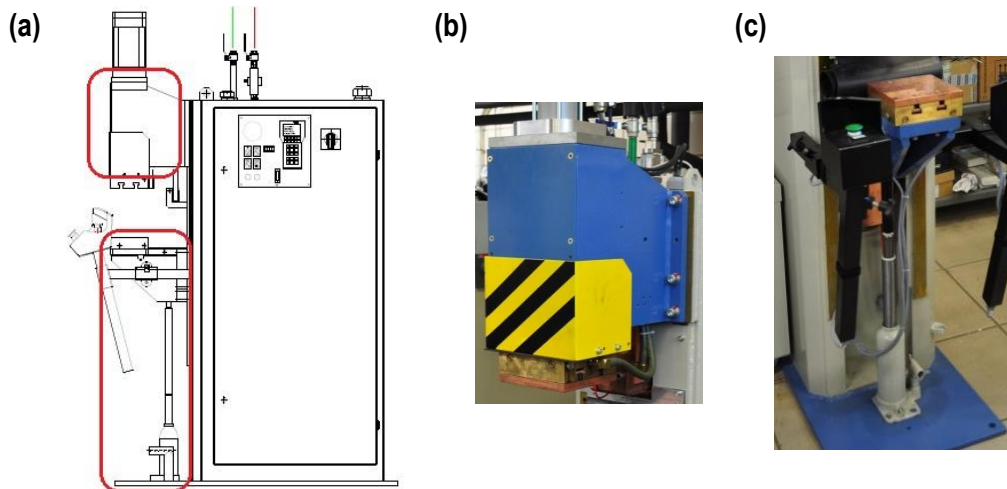


Figura 3.3. a) Ubicación de las bancadas y elementos guías; y detalle del conjunto de la bancada b) superior, y c) inferior.

La bancada superior (Figura 3.3b) es un conjunto de piezas de acero soldadas, fijado a la carcasa mediante tornillos y clavijas. Todo el conjunto se desliza a través de un juego de guías prismáticas con placas de agujas, que garantizan el correcto desplazamiento y una

excelente rigidez. Cubierto por la misma carcasa se encuentra el eje del cabezal, fabricado también de acero, y que se encarga de transmitir la fuerza del cilindro. La bancada inferior (Figura 3.3c), incorpora la plataforma sobre la cual se colocará la pieza que va a ser soldada. Va fijada mediante cuatro tornillos, y su altura es regulable mediante un gato hidráulico de accionamiento manual.

3.1.2 Componentes eléctricos

A. El convertidor de media frecuencia

Un equipo de soldadura de media frecuencia está compuesto, básicamente, por un convertidor de media frecuencia (~ 1000 Hz) y un transformador-rectificador (Figura 3.4).

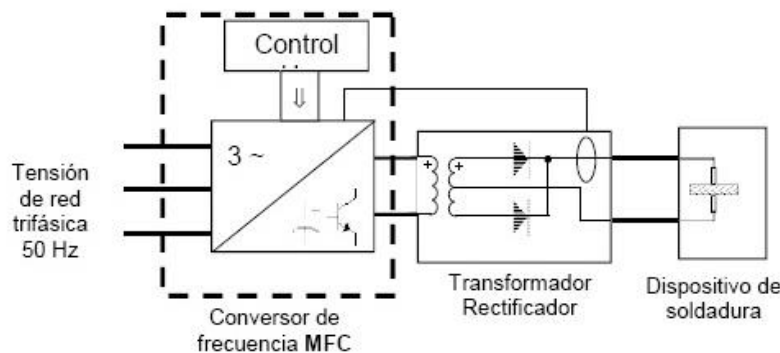


Figura 3.4. Esquema de la instalación de soldadura con corriente continua utilizando un equipo de media frecuencia.

En el convertidor de media frecuencia, la tensión de la red trifásica de 50 Hz es convertida en una tensión de media frecuencia, de 1000 Hz. La tensión generada está constituida por pulsos cuadrados de 1000 Hz de frecuencia. Esta tensión alterna de media frecuencia (MF) es la que finalmente se aplica al bloque del transformador-rectificador.

El transformador-rectificador es el encargado de reducir el valor de la tensión (entre 5 y 18 V) y aumentar el valor de la corriente. La corriente eléctrica rectificada será la que se emplee en el proceso de soldadura (sinterizado).

El equipo incorpora sensores de medida de corriente y tensión. Estos sensores envían señales al convertidor de frecuencia con información sobre los parámetros durante el proceso. Con estos datos, el convertidor es capaz de servirregular el equipo para alcanzar el valor de intensidad solicitado.

A continuación se enumeran las principales ventajas del uso de la media frecuencia en el proceso de soldadura:

- Para una misma potencia eléctrica, los transformadores de los equipos de media frecuencia (1000 Hz) son menos pesados y más pequeños que los de los equipos de baja frecuencia (50-60 Hz). Las ecuaciones básicas empleadas en el cálculo de transformadores se muestran en la Figura 3.5. Dichas ecuaciones establecen relaciones entre el número de espiras, la intensidad y la tensión de los devanados primario (N_P , I_P , V_P) y secundario (N_S , I_S , V_S), la frecuencia de trabajo (f) y la sección del núcleo (S_N).

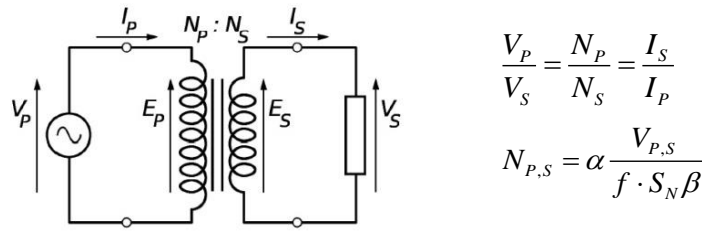


Figura 3.5. Esquema básico de transformador y ecuaciones principales empleadas para el cálculo del núcleo magnético (α : constante numérica; β : Coeficiente de Inducción de Gauss).

Tal y como se puede ver en la Figura 3.5, la sección del núcleo (S_N) es inversamente proporcional a la frecuencia de trabajo (f):

$$N_{P,S} \propto \frac{V_{P,S}}{f \cdot S_N}$$

Por tanto, un aumento de frecuencia, manteniendo la misma potencia de trabajo, conlleva una disminución de la sección del núcleo mínima necesaria; y, por tanto, la reducción de su tamaño y peso.

- El trabajo con frecuencias mayores permite controlar mejor el proceso de soldadura. La reducción del intervalo de tiempo controlable conlleva una mayor precisión y, por consiguiente, una mejor calidad del proceso.
- La soldadura en corriente continua aporta mayor cantidad de calor a la pieza que en corriente alterna (debido a las discontinuidades de corriente que se tiene en el caso de corriente alterna).
- El convertidor está conectado a la red trifásica, por lo que la potencia consumida se reparte por igual en las 3 fases de la red, y no en una sola fase como ocurre en la soldadura de corriente alterna. Además, las corrientes primarias disminuyen,

lo cual permite disminuir la sección de los cables y de los dispositivos de protección, es decir, se reducen costes.

B. El transformador y conexionado secundario

El transformador que incorpora la máquina es capaz de proporcionar una potencia de 100 kVA al 50%, una intensidad de corriente máxima en corto circuito de 27 kA y una tensión secundaria máxima de 10 V en abierto. A la salida del secundario se halla situada una bobina toroidal que actúa de sonda de medida de la intensidad. Dicha sonda genera una señal proporcional a la intensidad de corriente, que es utilizada por el controlador para adoptar las medidas oportunas (por ejemplo, dirigidas a regular la intensidad de corriente).

Como se dijo anteriormente, gracias al empleo de la media frecuencia el transformador es una de las piezas que más ha visto reducir su tamaño respecto a las tecnologías precedentes.

El conexionado secundario (Figura 3.6) permite el paso de corriente desde el secundario del transformador hasta las plataformas de las bancadas. Una de las piezas es un fleje de cobre que posibilita el movimiento del cabezal superior. La bancada inferior no necesita fleje y se halla unida mediante piezas fijas de cobre.

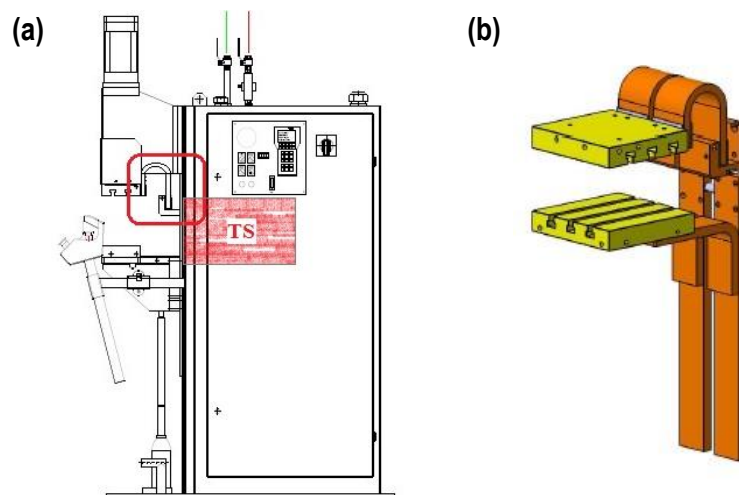


Figura 3.6. a) Ubicación de los elementos de conexión del secundario y del transformador de soldadura; y b) detalle del conexionado secundario.

C. Los controladores electrónicos

La máquina funciona gracias a la mediación de dos controladores electrónicos. El primero (y principal) es el encargado del control eléctrico, y gobierna la secuencia global

del proceso. El segundo se encarga exclusivamente del control de la unidad de esfuerzo eléctrica.

El controlador principal es el denominado MFC-3000. Este es el encargado de interrelacionar la operación de los distintos elementos de la máquina. Se encarga del control de fase, de las secuencias de paso de corriente, así como de la activación de la unidad de esfuerzo para la aproximación de los electrodos y de la aplicación de la carga. Permite conocer en todo momento la posición y el esfuerzo del cabezal.

El PES-20 es el controlador electrónico para el motor eléctrico del cabezal: su velocidad de descenso, la fuerza ejercida, etc. Se ubica en el equipo de soldadura, así como la del controlador principal, se muestra en la Figura 3.7a.

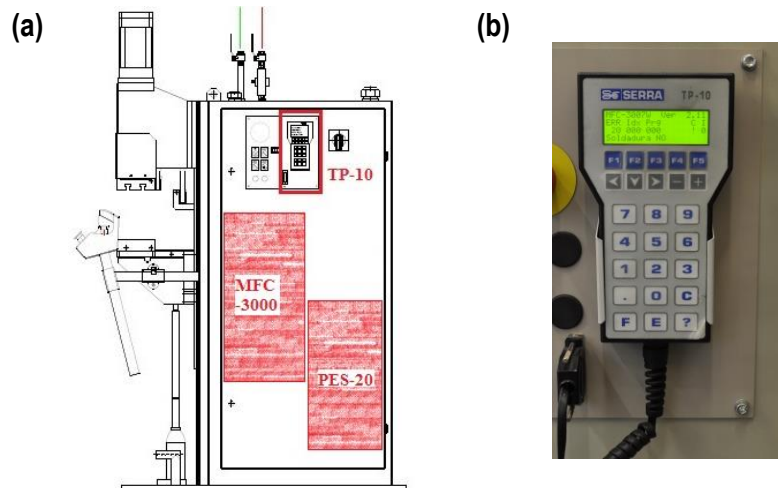


Figura 3.7. a) Ubicación de las unidades de control MFC-3000 y PES-20, y de su terminal programador (TP-10); b) detalle del terminal TP-10.

Ambos controladores pueden ser programados desde el terminal portátil TP-10 adosado al panel lateral de la máquina (Figura 3.7b) o, de un modo más completo y cómodo, desde un ordenador dotado del programa informático CPC-Connect (Figura 3.8). Esta aplicación informática es suministrada por el fabricante Serra Soldadura S.A., y se comunica con la máquina a través de un cable Ethernet cruzado. Ambas unidades permiten programar, visualizar y guardar los diferentes parámetros de soldadura.

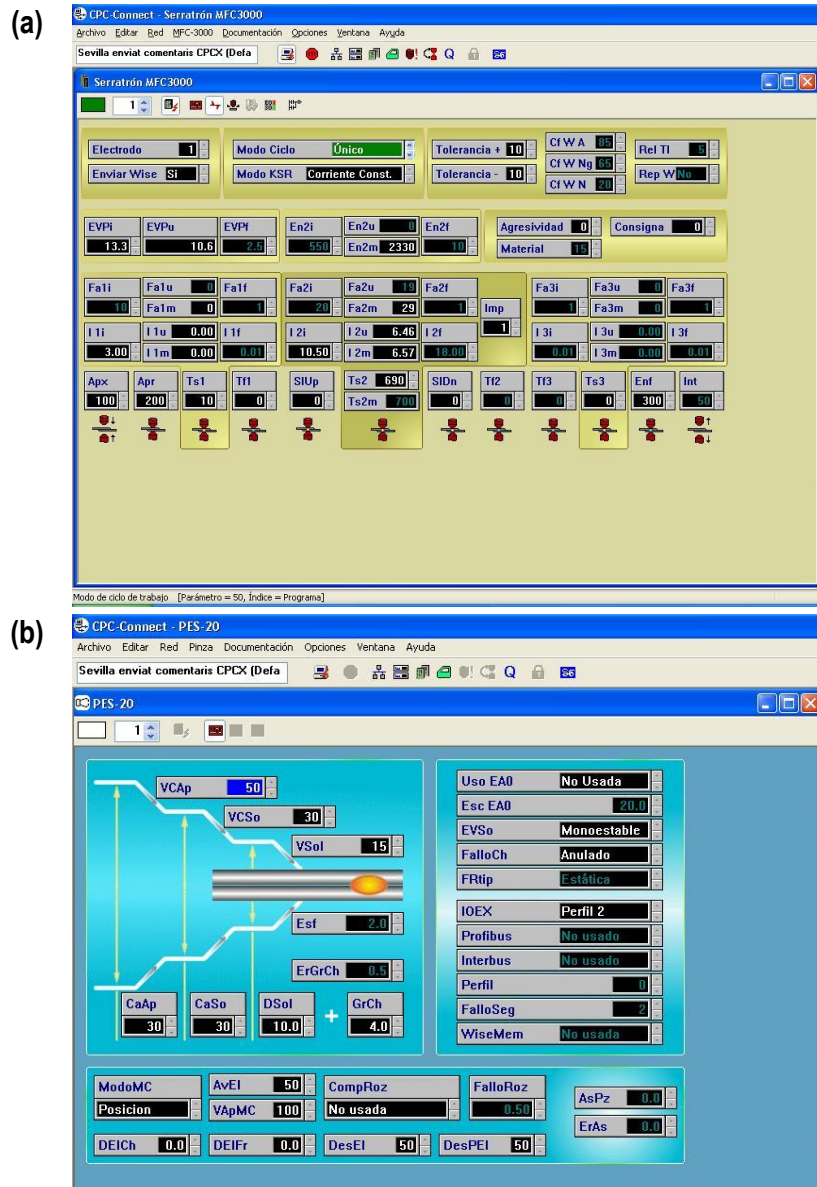


Figura 3.8. Interfaz de la aplicación informática (CPC-Connect) para la programación de los dispositivos: a) MFC-3000, y b) PES-20.

La aplicación CPC-Connect incluye también la funcionalidad de PLC, Autómata Programable Interno. Se trata de un editor de ecuaciones PLC en formato contactos, que permite controlar la totalidad del automatismo de soldadura, y no solo las funciones propias de la misma.

El PLC tiene una capacidad de 990 ecuaciones, posibilidad de usar palabras, bits, elementos de entrada y salida, marcas, contadores, temporizadores, etc. Permite contactos y bobinas especiales para las comunicaciones con la máquina de soldadura, e incluso se puede manejar a través de la unidad portátil TP-10.

3.1.3 Otros elementos

A. Dispositivos de marcha

Es el elemento mediante el cual el operario puede poner en marcha la máquina. Se trata de un mando a dos manos (Figura 3.9), que consta de dos botones que deben pulsarse y mantenerse pulsados durante el tiempo que dure el proceso de soldadura (sinterizado), esto es, bajada del cabezal superior, soldadura y subida del cabezal. Si se interrumpe el accionamiento de ambos pulsadores, la secuencia se para y el cabezal vuelve a su posición inicial.

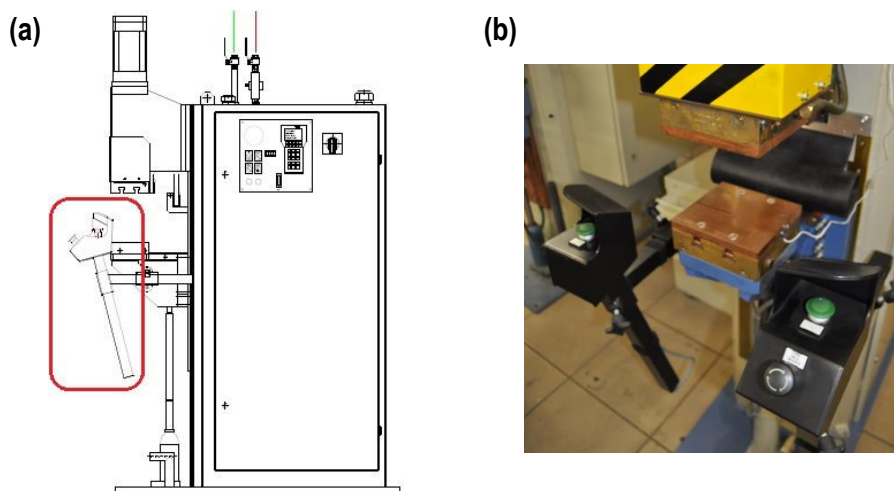


Figura 3.9. a) Ubicación y b) detalle de los dispositivos de marcha de la máquina de soldadura.

La máquina consta, además, de un pulsador tipo seta de parada de emergencia, situado en el mando derecho de la máquina, que permite interrumpir la secuencia de funcionamiento de la máquina en caso de detectar una avería o disfunción que conlleve peligro. Solo después de desenclavar el pulsador, la máquina quedará lista para empezar una nueva experiencia.

B. La carátula de maniobra

La Figura 3.10 muestra el panel lateral de la máquina de soldadura. A la derecha del terminal de programación TP-10, se encuentra el interruptor general de encendido y apagado (posiciones ON/OFF) de la máquina. A la izquierda del TP-10, hay un panel que incluye una serie de selectores y lámparas, los cuales se describen a continuación (de izquierda a derecha, y de arriba a abajo):

- Selector y visualizador de N° de PROGRAMA: permite la selección de hasta 99 programas de soldadura, para abarcar las diferentes necesidades y combinaciones de materiales posibles.
- Un segundo pulsador de PARADA DE EMERGENCIA.
- Lámpara de LÍNEA (blanca): indica la presencia de tensión de red en la máquina.
- Pulsador de RESET FALLOS: lámpara roja que se enciende si existe algún fallo en la máquina. Este fallo se reseteará a través del propio botón, siempre que las condiciones lo permitan.
- Selector MFC/PES: permite seleccionar uno u otro dispositivo, para acceder a su programación a través del terminal TP-10.
- Selector SOLDADURA SI/NO: habilita o inhabilita el paso de corriente durante un ciclo de soldadura.
- Selector AUTOMÁTICO/MANUAL: permite seleccionar el modo de control de la máquina. Su posición normal de trabajo es 'AUT'. Se colocará en 'MAN' solo en ocasiones puntuales que así lo requieran como, por ejemplo, a la hora de realizar un ciclo de calibración del recorrido del cabezal superior durante una secuencia completa.

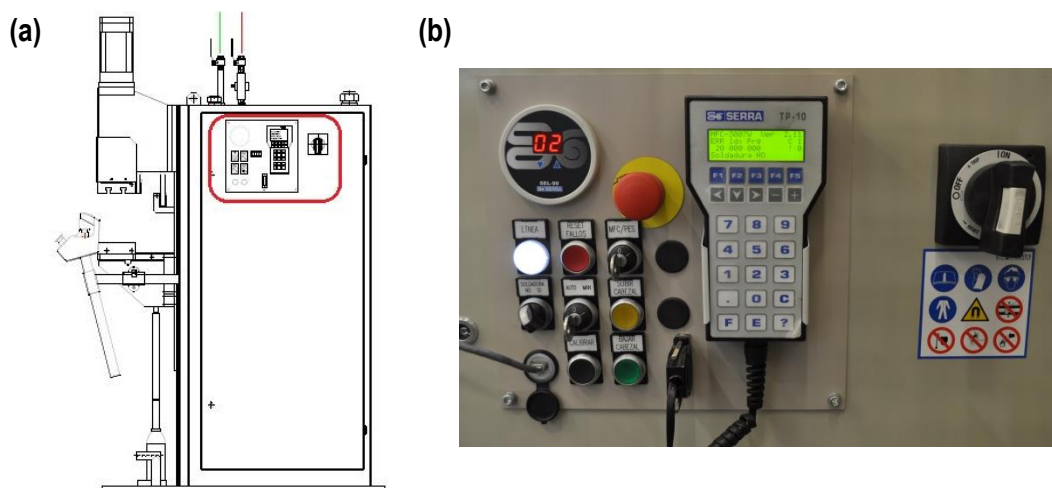


Figura 3.10. a) Ubicación y b) detalle de la carátula de maniobra de la máquina de soldadura.

- Pulsador SUBIR CABEZAL: pulsador amarillo que permite subir el cabezal superior (cuando la máquina está en modo MANUAL).
- Pulsador CALIBRAR: pulsador negro que permite realizar un ciclo de calibración. Con la pieza a soldar colocada en la bancada inferior (y la máquina en modo MANUAL), el cabezal superior realiza un ciclo completo de bajada (hasta tocar la pie-

za) y posterior subida, quedando registrados los valores de apertura máxima y mínima durante una secuencia de trabajo.

- Pulsador BAJAR CABEZAL: pulsador verde que permite bajar el cabezal superior (cuando la máquina está en modo MANUAL).
- Conector RJ 45 Ethernet: para la comunicación de la máquina con el ordenador a través del *software* CPC-Connect.
- Conector V24: para la conexión del terminal de programación TP-10 al control de soldadura.

C. El caudalímetro

Para aumentar la autonomía de trabajo de la máquina, esta dispone de un circuito de refrigeración que enfría fundamentalmente el transformador y el circuito de potencia, pero también las propias plataformas que actúan como electrodos. El caudalímetro incorporado en la parte superior de la máquina (Figura 3.11) permite ajustar el mínimo y máximo caudal de agua en función de las condiciones de trabajo. Si el caudal de agua que circula no está entre los límites programados, se provoca un error que no permite ejecutar la soldadura.

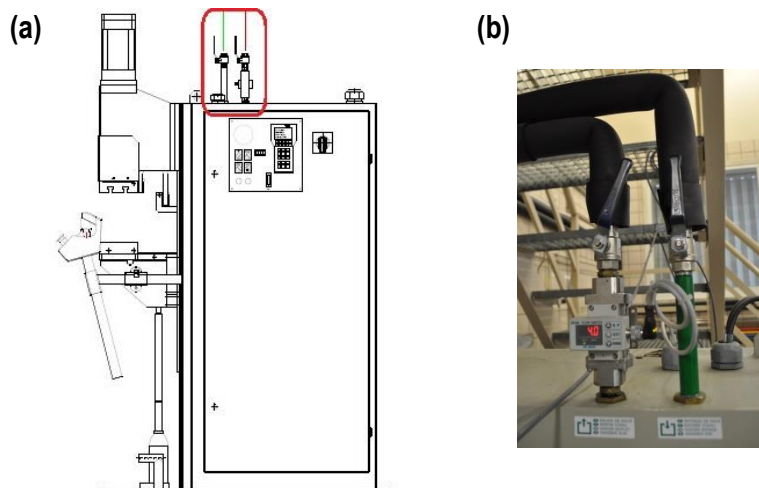


Figura 3.11. a) Ubicación y b) detalle del caudalímetro de la máquina de soldadura.

D. Otros elementos de seguridad

Además de los elementos de seguridad mencionados hasta aquí, la máquina consta de toma de tierra, y un detector de presencia del protector del cabezal superior, que impide la actuación con la máquina si el protector no está colocado.

3.2 Modificaciones de la máquina

Tal y como se ha visto en el apartado anterior, la máquina de soldadura por resistencia eléctrica tipo prensa reúne todos los elementos principales, tanto eléctricos como mecánicos, necesarios para llevar a cabo el proceso de sinterización eléctrica. Sin embargo, es evidente que se requieren otros elementos adicionales que permitan adaptar esta máquina comercial para el desempeño de la técnica de sinterización por resistencia eléctrica.

A continuación, se describen las modificaciones realizadas en la máquina, así como los útiles adicionales diseñados para llevar a cabo las experiencias de SRE-MF.

3.2.1 Las plataformas

La máquina original consta de dos bancadas, superior e inferior, con unas ranuras para la posible fijación de útiles necesarios en una soldadura.

Para la aplicación en SRE, no son convenientes estas superficies, sino unas superficies planas, que aseguren un reparto más uniforme de la presión y faciliten la colocación de la matriz.

Con este fin, se dispusieron dos placas de cobre macizo (Figura 3.12), sobre las plataformas originales. Cada placa va fijada a la máquina por cuatro tornillos perfectamente embutidos, de manera que no obstaculicen la colocación del conjunto de troqueles (matriz más punzones/electrodos). La óptima conductividad eléctrica y térmica del cobre garantizan el paso de la corriente eléctrica durante la ejecución de una experiencia, así como una rápida evacuación del calor generado.

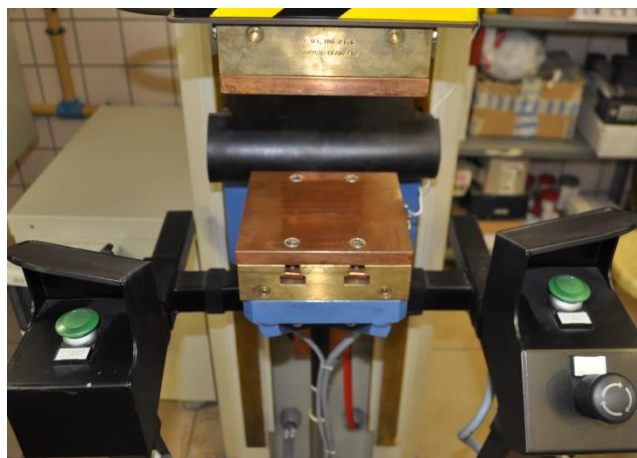


Figura 3.12. Bancadas de la máquina de soldadura con las placas de cobre incorporadas a las plataformas superior e inferior, con sus tornillos fijadores.

3.2.2 El sensor de temperatura

Se ha instalado un termómetro digital de rango ambiental (Figura 3.13a), conectado al equipo a través de una sonda instalada a la plataforma inferior.

Durante las experiencias de sinterización, el montaje de punzones y matriz cargada de polvo se coloca sobre la plataforma inferior. Por tanto, la medida de la temperatura de equilibrio de esta plataforma (con el circuito de refrigeración abierto), es una medida de la temperatura inicial del sistema. Tal y como se puede ver en el detalle de la Figura 3.13b, el sensor ha sido aislado eléctricamente de la placa de cobre para evitar las posibles corrientes parásitas, sin merma del contacto térmico.

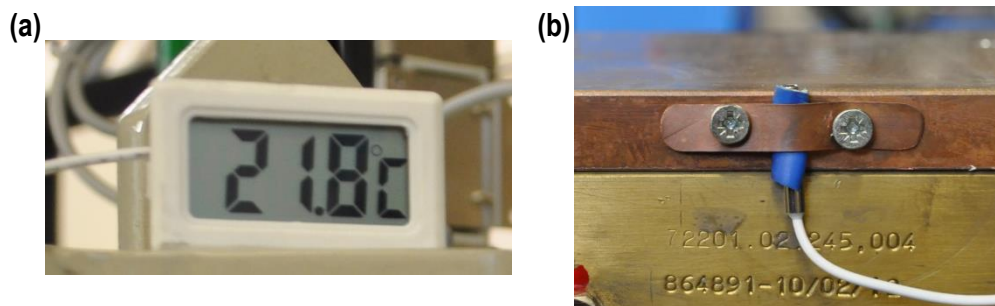


Figura 3.13. a) Termómetro digital adosado al frontal de la máquina; y b) detalle de la sonda de medida ubicada en la placa de cobre inferior.

3.2.3 Monitorización y adquisición de datos

Aunque la máquina viene instrumentada de fábrica con sensores para el registro de la intensidad y la tensión eléctricas instantáneas, así como del desplazamiento efectuado por el cabezal superior y de la fuerza ejercida por este, los valores procedentes de estos instrumentos se emplean para el control interno y no están accesibles al usuario. Ha sido, pues, necesario modificar el *firmware* de la máquina para que dichos datos sean registrados y almacenados en tiempo real, y queden disponibles al usuario. Dichas funciones de monitorización son realizadas por el propio MFC-3000.

La frecuencia máxima de muestreo que permite el controlador es de 1 muestra por cada milisegundo, con un máximo de almacenamiento de 2500 muestras. Esto, por tanto, significa que es posible cubrir un intervalo de tiempo de 2.5 s con una frecuencia de 1 muestra/ms o de 5 s con una frecuencia de 1 muestra/2 ms. El proceso de muestreo se inicia con la etapa de apriete, y concluye con el fin de la etapa de enfriamiento.

Los datos proporcionados por los diferentes sensores son recogidos por el controlador de la máquina, y los almacena en un *buffer* de memoria. Desde allí han de ser leídos e interpretados. Para esta labor se ha programado una hoja de cálculo Microsoft Excel (Figura 3.14), que se encarga específicamente de dicha tarea, y de procesar los datos en bruto.

	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	P
Ensayo	Programa:		2		Fecha:								
Características polvo	Material	Referencia polvo		Densidad de golpeo g/cm³		Densidad aparente g/cm³		Densidad absoluta g/cm³					
	Aluminio	Al AS61		1.39		2.68							
Activación externa	PRECOMPRESIÓN	No		8 MPa									
	ACTIVACIÓN ELEC.	No		8 V		8 A							
Condiciones eléctricas	Duraciones (ms)												
	Aproximación	Apriete		PreCul (Tol)		Cul (Tol)		Entramizado					
	100	200		10		490		300					
Condiciones mecánicas	Intensidades												
	FuN	FuN (E grado)		IN (kA)		IN (kA)		Energía (kJ)					
		10.0		3.0		5.0		#DIV/0!					
Características Sinterizados	Carga (kN)												
	Carga (kN)	Carga correg (kN)		Presión (MPa)									
	13.30	11.44		#DIV/0!									
	Dilatación (mm)												
	Dilatación (mm)	Altura (mm)		Masa (g)									
	Sacc (cm³)												
						#DIV/0!							
						#DIV/0!							
						#DIV/0!							
						#DIV/0!							
						#DIV/0!							
						#DIV/0!							
						#DIV/0!							
Otros Datos	Tª inicial (°C)												
	Lubricante	Dura Parada (mm)		h penetración (mm)		h oblicua (mm)		tE (ms)					
	GRAFITO	12.00		105.56		10.24		6.91					

Figura 3.14. Captura de pantalla del archivo Excel de adquisición de datos.

Los cometidos de la aplicación de adquisición son los siguientes:

- Importar los datos leídos desde la memoria del controlador. Los datos (expresados en mV o kA) se ordenan en cuatro columnas de datos, canales A, B, C y D, que se refieren al Desplazamiento, Fuerza, Intensidad y Tensión. Los datos de cada fila contienen la lectura de los sucesivos muestreos separados por el intervalo de muestreo elegido por el usuario (1 ms, 2 ms, etc.).
- Los datos anteriores son interpretados, y escalados a la magnitud proporcional a la que representan (longitud, fuerza, etc.). Se crean cuatro nuevas columnas que contienen los verdaderos datos de Desplazamiento, Fuerza, Intensidad y Tensión.
- Los datos anteriores son nuevamente reinterpretados bajo las condiciones particulares de la experiencia, y así se rellenan las columnas correspondientes a la evolución de la *altura del compacto*, de su *porosidad* y *resistencia eléctrica* glo-

bales, de la *presión nominal* soportada, así como de la *potencia suministrada* y de la *energía disipada*.

- Las columnas de datos mencionadas son representadas gráficamente.

Conviene señalar que en el cálculo de la resistencia eléctrica del compacto se descuenta la caída de tensión debida a los propios electrodos.

3.2.4 Juego de troqueles

A. Matriz

La matriz o molde de sinterizado es el elemento encargado de confinar y dar forma a los polvos que han de ser sinterizados. Por simplicidad y simetría, se ha elegido una forma cilíndrica para el interior del molde. La simetría cilíndrica facilita el modelado, en particular, permite abordar el problema desde un punto de vista unidimensional. En la Figura 3.15 se muestra un esquema del conjunto matriz y electrodos.

Para que la energía térmica sea liberada solo en el interior del material a sinterizar, la corriente eléctrica debe pasar a través del polvo y no a través de la matriz; es decir, la matriz ha de ser eléctricamente aislante. Además, teniendo en cuenta las altas temperaturas que deben alcanzar los polvos durante la sinterización, la matriz habría de ser también térmicamente aislante con el fin de minimizar las pérdidas de calor. La conjunción de propiedades que debe reunir la matriz (aislante térmico y eléctrico, buenas prestaciones mecánicas y resistencia a la temperatura), restringe el número de materiales potenciales para esta aplicación.

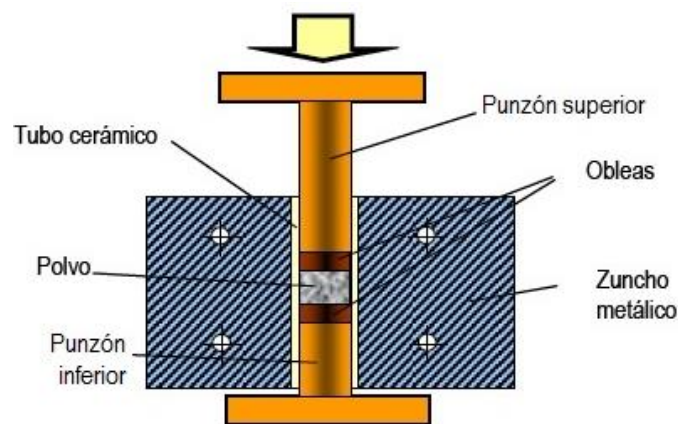


Figura 3.15. Esquema básico del juego de troqueles empleado para la SRE-MF.

En investigaciones anteriores sobre SRE, llevadas a cabo por los directores de esta Tesis, se probaron una gran variedad de matrices, fabricadas de diferentes materiales y con distintas geometrías. No obstante, se pudo comprobar que la matriz que reúne las características de resistencia mecánica y aislamiento térmico y eléctrico, al tiempo que ofrece los mejores resultados experimentales, es una matriz compuesta por un tubo cerámico zunchado.

Las cerámicas tienen un buen comportamiento térmico, pero no resisten apenas tensiones de tracción. De hecho, en las especificaciones técnicas de una cerámica no suele documentarse la resistencia a la tracción, lo que dificulta un estudio analítico o numérico del diseño final. Otro problema lo plantea el acoplamiento zuncho-cerámica; resulta extraordinariamente difícil aplicar uniformemente una carga de compresión sobre un elemento cuya superficie es circular, porque cualquier irregularidad puede provocar la aparición de tensiones internas de tracción en la cerámica. A estos dos problemas debe añadirse, además, el que la temperatura de trabajo pueda ser elevada, por lo que debe tenerse presente la pérdida de resistencia con la temperatura.

El problema elástico que plantea el sistema de tubo cerámico con zuncho de metal está perfectamente resuelto en la literatura. No obstante, la solución no es única. Una solución, por ejemplo, podría consistir en embutir la cerámica en un zuncho de acero, que previamente se ha calentado para que dilate. Este procedimiento asegura, si el enfriamiento de la matriz es uniforme, una distribución homogénea de la tensión de precompresión del zuncho de acero sobre la cerámica. El método tiene la desventaja de que si el tubo cerámico llega a romperse, su reemplazo es lento y laborioso (y téngase presente que la rapidez es una de las principales ventajas de esta técnica de sinterización). Otra solución consiste en abrazar el tubo cerámico con una matriz metálica partida. Esta fue la idea inicial empleada por Lenel (uno de los pioneros de esta técnica), y cuyo principal inconveniente es la escasa durabilidad del tubo cerámico y su alto coste. No obstante, ha sido la solución adoptada para la presente investigación.

El diseño final de la matriz consistió en dos piezas de acero (Figura 3.16a) que, atorilladas, forman una pieza maciza con un taladro en el centro, en el cual va colocado el tubo cerámico (Figura 3.16b). En la Figura 3.17 se muestra el aspecto de la matriz cerámica-metálica completa. Este montaje restringe eficientemente el desplazamiento radial de la cerámica, pero no garantiza una distribución uniforme de tensiones de precompresión en toda la cerámica. Efectivamente, es imposible conseguir el mismo estado tensional en todos los puntos de la cerámica por el simple hecho de que la matriz de acero se encuentra

partida, así como porque solo existen cuatro puntos efectivos de aplicación de carga, que corresponden a los cuatros tornillos de cierre de la matriz.

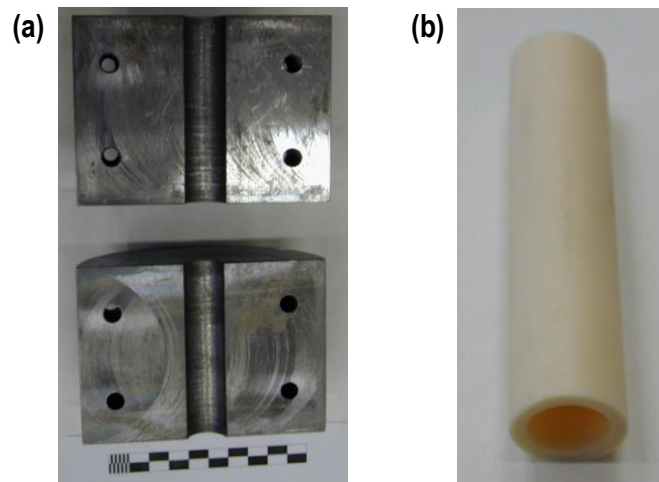


Figura 3.16. a) Zuncho de acero, y b) tubo cerámico.



Figura 3.17. Matriz cerámico- metálica.

Para tratar de paliar en lo posible la falta de uniformidad en el estado tensional de la cerámica, se decidió intercalar una lámina delgada de cobre entre el zuncho y el tubo cerámico. Esta lámina es más dúctil y elástica que la cerámica, y permite una transición más suave de la carga entre la matriz y el tubo cerámico, así como un mejor acoplamiento entre ambas. Además, la durabilidad de la cerámica aumenta, si esta se pega con adhesivo de dos fases a la lámina de cobre. De este modo, aunque la cerámica llegue a fracturarse, no se hace añicos, lo que permite seguir realizando experiencias.

El tubo cerámico escogido (Alsint R10AL7 del fabricante W. Haldenwanger) tiene 12 mm de diámetro interno, 17 mm de diámetro externo, y una constitución del 99.7% de alúmina. El material, con muy escasa porosidad, posee una relativamente baja conductividad térmica (Tabla 3.1). Se suministra por el fabricante en cilindros de un metro de longi-

tud, por lo que debe ser cortada en porciones de aproximadamente 80 mm. La dureza y fragilidad del material exige su corte con disco de diamante.

Tabla 3.1. Propiedades físicas del tubo cerámico (Alsint R10AL7) a temperatura ambiente.

Composición	99.7% Alúmina
Densidad	3.9 g/cm ³
Resistencia a la tracción	280 MPa
Resistencia a la flexión	350 MPa
Resistencia a la compresión	2500 MPa
Módulo de Young	350 GPa
Dureza	20 HR-45C
Máxima temperatura de trabajo	1700 °C
Resistencia choque térmico	443 °C (ΔT)
Conductividad eléctrica	$1 \cdot 10^{-16} (\Omega \cdot m)^{-1}$
Conductividad térmica	30 W/(K·m)

B. Punzones y obleas

Los punzones de sinterización son los elementos encargados de transmitir al agregado de polvos tanto la fuerza de compresión como la corriente eléctrica aplicadas por la máquina de sinterización.

Los punzones deben ajustar correctamente con el tubo cerámico, en otro caso, el polvo ascendería por las paredes. No obstante, si el ajuste es demasiado riguroso, parte de la fuerza aplicada por el cilindro neumático se emplearía en vencer la fricción, disminuyendo la eficiencia mecánica del proceso.

Para garantizar el perfecto contacto eléctrico de los electrodos con las plataformas de cobre, y evitar el fenómeno de electroerosión, los punzones van roscados a sendas bases del mismo material. Así, además de aumentar la superficie de contacto, se asegura la perpendicularidad de los punzones.

Se ha empleado un material habitualmente utilizado como electrodo en la soldadura por resistencia. Se trata de una aleación de cobre, cromo y circonio cuyas características físicas principales se detallan en la Tabla 3.2. Se han fabricado mediante torneado, con dimensiones impuestas por el diámetro interior de la cerámica.

Con el fin de preservar en lo posible los punzones se decidió colocar unas obleas, también cilíndricas aunque de poca altura (~ 5 mm), entre los polvos y los punzones.

Tabla 3.2. Propiedades físicas del material de los punzones a temperatura ambiente.

Composición	98.9% Cu, 1% Cr, 0.1% Zr
Densidad	8.92 g/cm ³
Límite elástico	127 MPa
Resistencia a la tracción	370 MPa
Dureza	110 HB
Conductividad eléctrica	$4.1322 \cdot 10^7 (\Omega \cdot m)^{-1}$ (71 IACS)
Conductividad térmica	295 W/(m·K)
Temperatura de ablandamiento	525 °C

En un principio se probó a utilizar obleas del mismo material que los punzones, pero no resultaron convenientes cuando se trabajaba con ciertos materiales, ya que se veían dañadas durante el sinterizado.

Es por ello que se decidió usar obleas de un material más resistente, y se eligió una pseudoaleación cobre-wolframio, Tabla 3.3. Estas obleas (con diámetro aproximado de 12 mm, y un espesor de 5 mm) también fueron fabricadas por torneado, a partir de unas barras redondas de 14 mm de diámetro y 203 mm de longitud (A15WC, CuW 30/70 sinterizado, del fabricante Ampco Metal). Este material presenta una mayor resistencia mecánica a alta temperatura que el material de los electrodos, sin sacrificar excesivamente su conductividad eléctrica. No obstante, su menor conductividad térmica impide la rápida evacuación del calor generado por el polvo hacia los electrodos, que van refrigerados por agua.

Tabla 3.3. Propiedades físicas del material de las obleas (CuW) a temperatura ambiente.

Composición	70% W, 30% C
Densidad	14.25 g/cm ³
Dureza	90-96 HRB
Conductividad eléctrica	44-52 IACS
Conductividad térmica	227 W/(m·K)

La introducción de las obleas tiene, además, una ventaja adicional: puesto que son ellas las que estarán en contacto directo con el polvo, solo ellas deberán tener un ajuste riguroso con la cerámica, mientras que los punzones pueden tener una mayor holgura, minimizándose así el trabajo de fricción. Pese a todo, las paredes del tubo cerámico se lubricaron con una suspensión de grafito en acetona.

Debido a la gran variabilidad de las dimensiones internas del tubo cerámico, se fabricaron varias obleas de distintos diámetros, eligiendo en cada caso la que mejor se adaptase.

Como es obvio, la presencia de un elemento más entre punzones y polvo introduce una resistencia de contacto que libera energía calorífica, lo que no es deseable. Para paliar este efecto es necesario que las superficies de contacto estén siempre perfectamente limpias.

En la Figura 3.18 se muestran los juegos de electrodos y obleas.

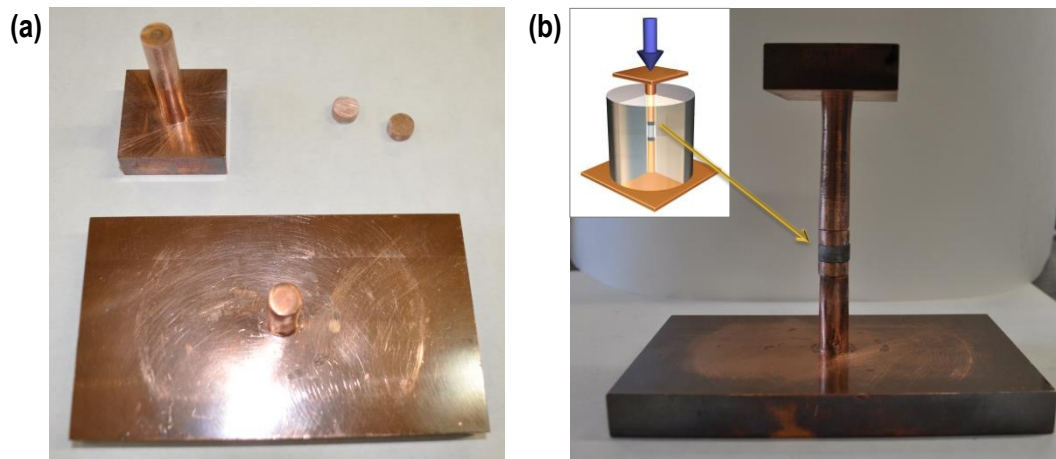


Figura 3.18. a) Punzones (electrodos) y obleas; y b) montaje de punzones, obleas y compacto.

Capítulo 4

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

4.1 Caracterización y evaluación de los polvos de partida

La caracterización de los materiales en estado de recepción tiene mucha importancia, ya que las características finales que se obtienen tras el procesamiento de los polvos dependen directamente de las propiedades iniciales de los mismos. Los materiales en forma de polvo pueden ser caracterizados por un gran número de propiedades, tanto considerando las partículas individualmente como el conjunto ^[97]. Se han realizado, en general, medidas de densidades aparente, de golpeo y absoluta, medidas de granulometría y de microdureza, así como estudios morfológicos y microestructurales.

4.1.1 Muestreo del polvo

Los polvos utilizados sufren transportes, almacenajes y tiempos de espera hasta su utilización definitiva. Debido a estas condiciones, en el contenedor de los polvos puede producirse una segregación por tamaños, tanto durante el llenado como después del envasado, de manera que las partículas de menor tamaño ocupan, preferentemente, el fondo del recipiente, sobrenadando en la masa de polvos las de mayores dimensiones. Por consiguiente, para evitar la utilización de muestras poco representativas del lote recibido, tanto en los ensayos de caracterización de los polvos como para las experiencias de consolidación, se ha procedido siguiendo las consideraciones tipificadas en las normas UNE-EN 23954 ^[98] y ASTM B 215 ^[99].

El método empleado en la extracción de muestras de polvo del contenedor consiste esencialmente en lo siguiente. Se toma un tubo de vidrio, de 10 mm de diámetro por 300 mm de longitud, como recolector. Este es introducido verticalmente en la masa de polvo hasta el fondo del contenedor, de forma que el polvo fluye hacia dentro del tubo, permitiendo extraer una muestra representativa de todos los tamaños de partícula. Por extracciones sucesivas se completa la cantidad de polvo requerida, la cual se deposita en un recipiente de plástico para su uso inmediato.

4.1.2 Fluidimetría y densidad aparente

La fluidez es la capacidad que posee un material en forma de polvo de pasar a través de un orificio practicado en la base del recipiente cónico que lo contiene. Según lo indicado en la norma ASTM B 213 *Standard Test Method for Flow Rate of Metal Powders* ^[100], se introduce una muestra de 50 g de polvo en un fluidímetro de Hall, Figura 4.1. La velocidad de

fluidez se define como el tiempo (en segundos) que tarda el polvo en pasar a través del fluidímetro.

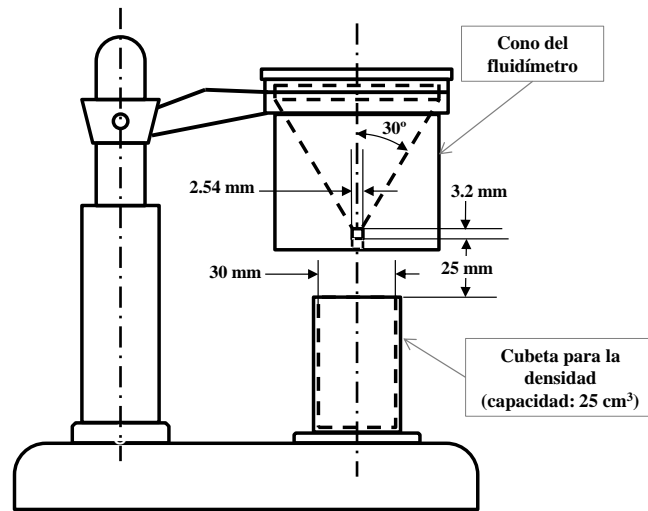


Figura 4.1. Montaje del fluidímetro de Hall, con la cubeta cilíndrica empleada para determinar la densidad aparente de los polvos.

A la vez que se realiza este ensayo, se obtiene la densidad aparente la muestra de polvo. Esta se define como la cantidad de masa de polvo por unidad de volumen de la misma, incluyendo el espacio que ocupan los huecos que quedan entre las partículas. Para determinarla, se ha aplicado la norma ASTM B 212 *Standard Test Method for Apparent Density of Free-Flowing Metal Powders Using the Hall Flowmeter Funnel* ^[101]. Según esta norma, se llena el fluidímetro de Hall (Figura 4.1), con 50 g de polvo, colocándolo a una determinada altura de una cubeta de latón de 25 cm³, previamente tarada. Se hace fluir el polvo a través del fluidímetro, llenando y rebosando la cubeta colocada debajo. Esta cubeta es enrasada y pesada, calculándose así la densidad aparente.

4.1.3 Densidad de golpeo

La densidad de golpeo, junto con la densidad aparente, da una medida de la capacidad de densificación del polvo por aplicación de vibrado, es decir, sin comprimirlo. Se calcula aplicando la norma ASTM B 527 *Standard Test Method for Determination of Tap Density of Metallic Powders and Compounds* ^[102]. Para ello se colocan 5 g de polvo en el interior de una probeta seca y graduada de 10 cm³, con apreciación de 0.1 cm³. La base de la probeta se coloca en una pulidora vibratoria, sobre una base de goma dura, y se somete a vibración durante un minuto, transcurrido el cual se calcula la densidad considerando el volumen alcanzado por la columna de polvos.

4.1.4 Densidad absoluta

Se define como la cantidad de masa de polvo por unidad de volumen de la misma, excluyendo en este caso el espacio que ocupan los huecos que quedan entre las partículas. Para su determinación se ha contado con un picnómetro automático Accupyc II 1340 (Figura 4.2), el cual permite obtener el volumen de una muestra sólida, eliminando su porosidad interna y abierta, a partir del cambio de presión que experimenta un gas que se expande al pasar desde un volumen que contiene la muestra a otro que no la contenga. El gas empleado es el helio, ya que presenta un comportamiento semejante al de un gas ideal.



Figura 4.2. Picnómetro automático Accupyc II 1340.

En la Figura 4.3 se ha representado un diagrama del esquema de funcionamiento de un picnómetro automático ^[103], utilizando una cámara contenedora de muestras de tamaño fijo.

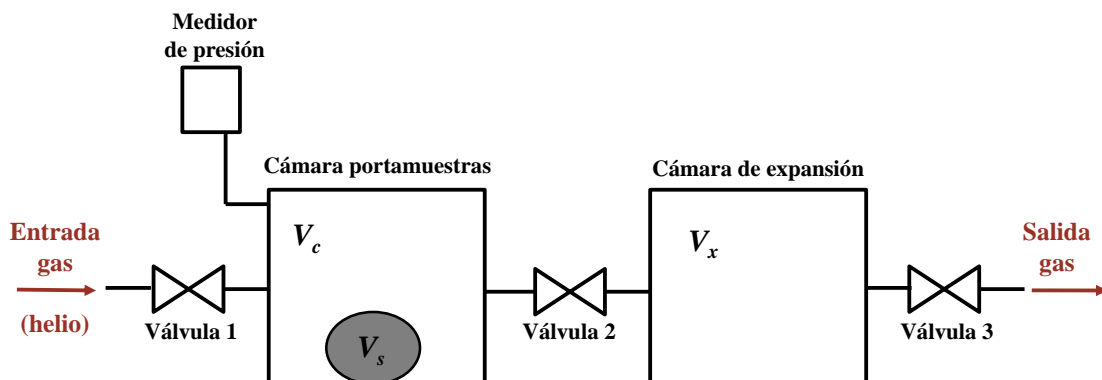


Figura 4.3. Diagrama del esquema de funcionamiento de un picnómetro automático.

Se trata de un sistema sencillo, compuesto por dos cámaras, un medidor de presión, y tres válvulas. El diseño permite mantener una temperatura uniforme en todo el sistema, y el cierre de ambas cámaras se puede considerar completamente hermético. La celda portamuestras se debe tomar de un tamaño acorde a la cantidad de muestra disponible, ya que es necesario que esta rellene prácticamente la totalidad de la cámara con objeto de minimizar errores de medida. Es por esta razón que se tienen vasitos portamuestras de 1, 3.5 y 10 cm³ de volumen.

Previo a su utilización para calcular la densidad absoluta de una muestra, es necesario realizar un proceso de calibración, a partir del cual se obtienen los valores para los volúmenes V_c y V_x , quedando registrados en la memoria del programa que realizará los cálculos posteriores para nuestra muestra de volumen V_s . Partiendo del sistema cerrado y con una presión igual a la presión atmosférica, las etapas para este calibrado inicial son las siguientes:

1. Se abre la válvula 1. Se llena con gas helio la cámara portamuestras, aumentando así la presión dentro de dicho recipiente. Una vez completado el proceso de llenado de esta primera cámara, se cierra la válvula 1 y se mide la presión alcanzada (P_1).
2. A continuación, se abre la válvula 2, dejando así que el helio se expanda hacia la segunda cámara. Cuando se llega a una situación de equilibrio entre ambas cámaras, se vuelve a medir la presión (P_2).
3. Finalmente, se abre la válvula 3, saliendo el gas al exterior.

Este ciclo se repetirá tantas veces como sea necesario, de forma iterativa, hasta determinar con gran precisión los valores de ambos volúmenes, V_c y V_x .

Cumpléndose la ley que rige el comportamiento de un gas ideal, ha de cumplirse la relación:

$$P_1 \cdot V_c = P_2 (V_c + V_x)$$

Si se repite este mismo procedimiento, introduciendo en este caso una muestra patrón de volumen conocido (V_k) en la primera cámara (V_c), la expresión anterior quedaría de la siguiente forma:

$$P_3 (V_c - V_k) = P_4 (V_c - V_k + V_x)$$

donde P_3 y P_4 son las equivalentes a P_1 y P_2 , medidas ahora para el proceso en el que se tiene la muestra V_k .

Resolviendo la primera ecuación se obtiene el valor de V_x en función de las presiones medidas:

$$V_x = \frac{V_c (P_1 - P_2)}{P_2}$$

Sustituyendo ahora en esta expresión la relación resultante de aplicar la ley de los gases para el segundo caso (con P_3 , P_4 y V_k), y resolviendo para V_c :

$$V_c = \frac{V_k (P_3 - P_4)}{(P_3 - P_4) - (P_1 - P_2)(P_4/P_2)}$$

Finalizado este proceso previo de calibración del sistema, y conocidos los volúmenes de ambas cámaras, se puede proceder a la determinación de la densidad absoluta de una muestra sólida a partir de la determinación de su volumen, V_s .

Si se repite el mismo proceso, aplicando un desarrollo similar al anterior, se llega a la siguiente expresión:

$$V_s = V_c - \frac{V_x}{1 - P_6/P_5}$$

donde P_5 y P_6 son las equivalentes a P_1 y P_2 , medidas ahora para el proceso donde se tiene la muestra V_s .

Tal y como se observa en la expresión final, la determinación del volumen de una muestra se resume simplemente a la medida de dos presiones (P_5 y P_6) y de los volúmenes de calibración (V_c y V_x). Y para el cálculo de la densidad absoluta solo faltaría aplicar la expresión que define esta propiedad:

$$\gamma_0 = \frac{M}{V_s}$$

donde M es la masa en seco de la muestra V_s , cuyo valor es conocido previamente a su ensayo con el picnómetro.

Para la determinación de la densidad absoluta de las diferentes muestras de polvo empleados en este trabajo, se ha utilizado el vasito portamuestras de 1 cm³. Se llenan aproximadamente 2/3 del volumen total de este recipiente portamuestras (Figura 4.4a) con el

polvo a estudiar, se introduce en la cámara de medida del picnómetro, y se cierra todo tal y como se muestra en el esquema de la Figura 4.4b.

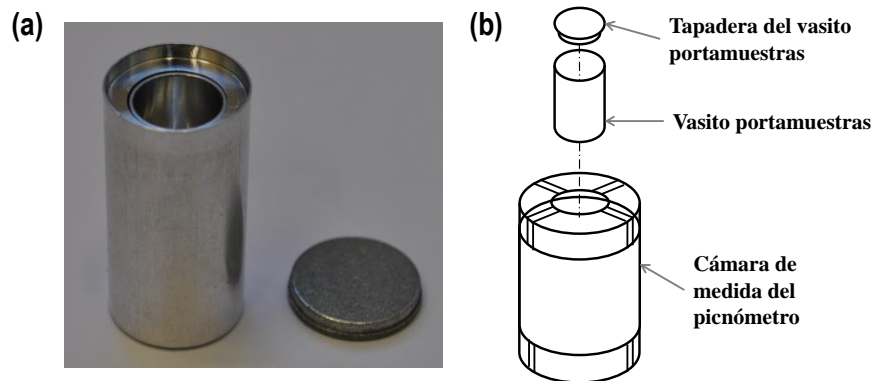


Figura 4.4. a) Vaso portamuestras para medida de la densidad de polvos del picnómetro automático Accupyc II 1340; y b) esquema de montaje del vaso portamuestras en la cámara de medida del equipo.

Este montaje se introduce en el picnómetro, programado para realizar un muestreo previo o *muestreo de purga*. Este proceso previo consiste en unos 15 barridos de helio que preparan la muestra eliminando el vapor de agua, aire o cualquier tipo de contaminante que pueda contener, además de terminar de definir los parámetros necesarios para realizar todos los cálculos con mayor precisión y exactitud.

Una vez preparada la muestra y definidos todos los parámetros requeridos por el programa del picnómetro, este instrumento realiza de manera automática los ciclos necesarios, así como los cálculos posteriores, ofreciendo directamente el resultado de la densidad absoluta para la muestra introducida.

4.1.5 Compresibilidad

La forma en que densifican los polvos se determina por la curva de compresibilidad, entendiendo por ella la representación de la densidad relativa del compacto frente a la presión de compactación. Para su determinación es necesario prensar polvo a diferentes presiones y, una vez extraídos los compactos de la matriz, pesarlos y medir sus dimensiones a fin de calcular su densidad relativa (normas MPIF *Standard* 45^[104] y ASTM B 331^[105]).

Existe un procedimiento utilizado en este trabajo y también empleado por diferentes investigadores^[106, 107, 108, 109], que permite obtener con un solo compacto cilíndrico los puntos experimentales necesarios para trazar la curva de compresibilidad. De este modo, se evita tener que fabricar un compacto por cada punto experimental a determinar.

El ensayo se ha realizado en una máquina de ensayos universal Instron 5505 (Figura 4.5).



Figura 4.5. Máquina universal de ensayos Instron 5505.

Para realizar estos ensayos, se han fabricado compactos cilíndricos de 8 mm de diámetro y masa variable; según la densidad de cada polvo, se determina la masa necesaria para obtener una altura mínima del compacto. Así, la masa empleada para realizar el ensayo de compresibilidad ha sido de 3 g para el caso de los dos polvos de hierro empleados, 1 g para el aluminio y 3.5 g para el níquel. Las características de los diferentes materiales de partida empleados se detallan en el Capítulo 5.

El montaje del sistema es el que se muestra en el esquema de la Figura 4.6. Una vez lubricada la matriz y llena con el polvo, se han aplicado dos rampas de subida continua hasta llegar a la carga final. La primera rampa está definida a una velocidad de $60 \text{ kg} \cdot \text{min}^{-1}$ hasta 25 MPa. La siguiente rampa tiene a una velocidad de $600 \text{ kg} \cdot \text{min}^{-1}$, hasta llegar al valor final que se ha fijado en 1300 MPa. Esta carga final se mantiene durante dos minutos y, a continuación, se descarga.

Es importante resaltar que la limpieza de la matriz, punzón y sufridera, esencial en cualquier compactación, es de suma importancia en este ensayo, para no introducir factores que puedan alterar el resultado real.

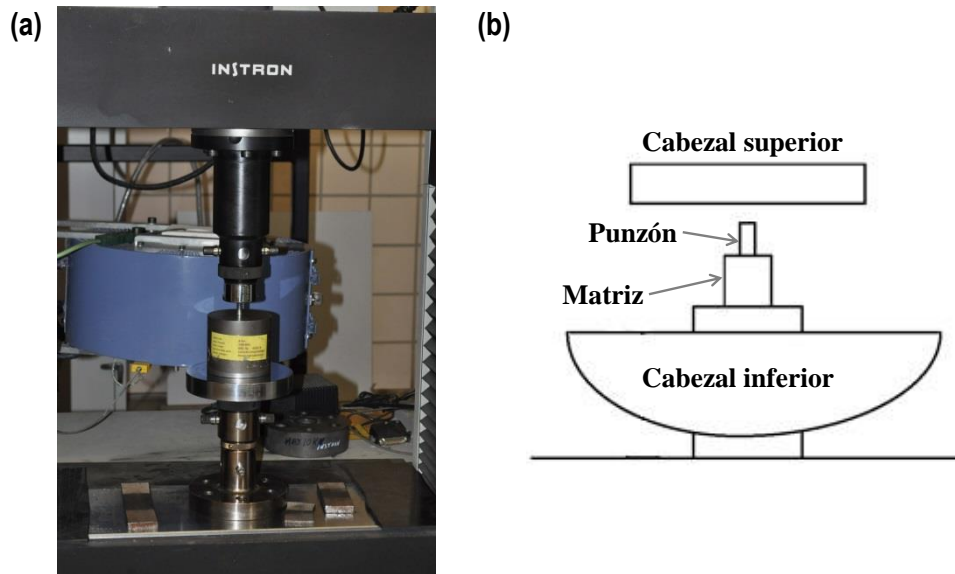


Figura 4.6. a) Imagen y b) esquema del montaje de la matriz y punzones, con el polvo en su interior, para la realización del ensayo de compresibilidad en la máquina universal de ensayos Instron 5505.

Además, con cada una de las curvas de compresibilidad obtenidas para los diferentes polvos, se ha realizado el ajuste Secondi, es decir, la aproximación teórica de los datos experimentales por el método de mínimos cuadrados. A partir de dicho ajuste se obtienen los parámetros Θ_{∞} , Θ_M , a y b , que intervienen en las Ecuación M10 del modelo teórico (Capítulo 2, apartado 2.2.4), y que permiten calcular la porosidad Θ_0 de la columna de polvo al finalizar la etapa de prensado en frío durante una experiencia de SRE-MF.

4.1.6 Granulometría

La distribución de tamaños de partícula de un polvo metálico afecta a su comportamiento en el procesado pulvimetalúrgico. Para su determinación se ha utilizado el equipo Mastersizer 2000 del fabricante Malvern Instruments (Figura 4.7). El principio de funcionamiento de este instrumento se basa en la dispersión de un haz de luz coherente que producen las partículas, ya que el ángulo de dispersión depende del tamaño de las partículas que producen dicha dispersión.

El procedimiento seguido fue el siguiente:

1. Puesta a cero del equipo.
2. Dispersión de la muestra en el medio líquido elegido (agua). La dispersión se realizó con ayuda de un agente tensoactivo (Nonidet P 40, Igepal CA630 del fabricante Fluka) para deshacer los cúmulos de partículas.

3. Colocación de la muestra en el dispositivo agitador-bomba, que pone en movimiento el agua, y aplicación sucesiva de ultrasonidos de diferente duración (en intervalos de 30 s).
4. Finalmente, se conectan los láseres. En función de la intensidad y el ángulo de incidencia de la luz recogida por cada uno de los detectores concéntricos, el *software* del equipo calcula la distribución de tamaños de partículas en dispersión.

Los parámetros $d(0.1)$ y $d(0.9)$ son los tamaños de partícula, expresados en μm , por debajo de los cuales se encuentra el 10 y 90% del volumen de la muestra de polvos, respectivamente. El parámetro $d(0.5)$ es el tamaño de partícula, en μm , correspondiente a la mediana, que divide la población de partículas en dos mitades iguales, y brinda criterios sobre el equilibrio másico entre las partículas gruesas ($>d(0.5)$) y finas ($<d(0.5)$). Por último, $D(4/3)$ hace referencia al tamaño medio de partícula, en μm , de la muestra de polvos.



Figura 4.7. Medidor granulométrico Mastersizer 2000.

4.1.7 Curva de resistividad-porosidad

Durante el proceso de compactación de un material en forma de polvo, este sufre una variación en su resistividad eléctrica. La evolución de esta propiedad será un factor significativo a la hora de emplear procesos de consolidación eléctrica, como la SRE. Es por este motivo que se estudia la curva de resistividad-porosidad (o conductividad-porosidad) para cada uno de los polvos de partida empleados, la cual permitirá justificar el comportamiento de cada material durante la sinterización eléctrica.

El montaje de medida empleado está compuesto por dos electrodos (de cobre electro-lítico) y una matriz cilíndrica de material eléctricamente aislante (PVC, con resistividad

eléctrica en torno a $10^{12} \Omega \cdot m$), zunchada con abrazaderas de acero. En el interior de la matriz se coloca la masa de polvo, según se muestra en el esquema de la Figura 4.8. Al aplicar presión sobre el electrodo superior, la porosidad de la columna de polvo varía. Anotando sucesivas medidas de presión y resistividad, se obtiene la curva representativa de la evolución de la resistividad eléctrica frente a la porosidad.

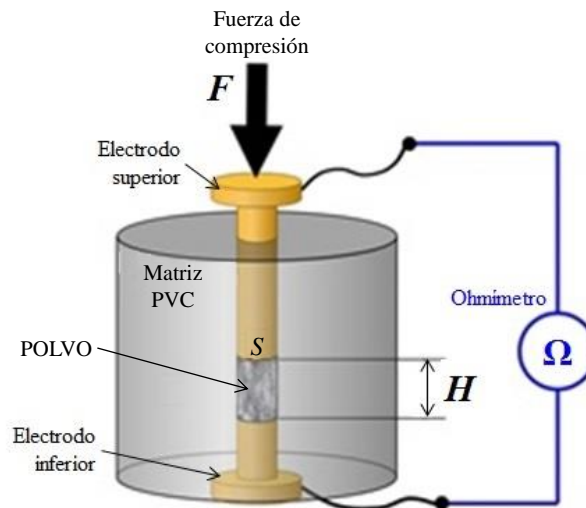


Figura 4.8. Esquema del montaje de medida experimental de la resistividad del polvo durante su compactación.

El procedimiento experimental seguido es el siguiente: en la matriz de PVC taponada por el electrodo inferior, se vierte una cantidad de polvo conocida. El conjunto es entonces vibrado durante un minuto, para permitir al polvo alcanzar el estado de equilibrio que caracteriza su denominada porosidad de golpeo. Tras esto, la matriz se cierra con el punzón superior, siendo medida rigurosamente tanto su posición al inicio del ensayo, como la resistencia eléctrica de la columna de polvo en dicho instante inicial.

El montaje es entonces colocado entre los platos de una máquina de ensayos universal (Figura 4.9) de 10 kN (Shimadzu AG-IS) con una precisión de $1 \mu m$ en el movimiento del plato que realiza la compresión.



Figura 4.9. Máquina universal de ensayos Shimadzu AG-IS.

La fuerza aplicada sobre el electrodo superior se incrementa con sucesivas paradas, que se aprovechan para medir la resistencia eléctrica del polvo, a temperatura ambiente (25 °C). Como la porosidad de la columna de polvo disminuye a medida que aumenta la fuerza de compresión aplicada, este procedimiento permite relacionar resistencia eléctrica (y a partir de esta, la conductividad) con la porosidad de la masa de polvo sometida a compresión.

La porosidad puede calcularse por medio de:

$$\Theta = 1 - \frac{M}{S \cdot H \cdot \gamma_0}$$

donde γ_0 es la densidad absoluta de los polvos, H es la altura de la columna de polvos (determinada indirectamente por la posición del electrodo superior), S es la sección transversal (8 mm de diámetro) y M es la masa de polvo.

La medida de la resistencia eléctrica se realiza usando un puente Kelvin, cuyo rango de medida está entre 0.01 $\mu\Omega$ – 1000 Ω . Los valores de medidas para los polvos estudiados están en el rango 10^{-2} - 10^2 Ω . La conductividad efectiva de cada polvo (σ_E) se calcula a partir de la resistencia eléctrica (R_{medida}) usando la siguiente expresión:

$$\sigma_E = \left[R_{medida} \frac{S}{H} \right]^{-1}$$

Una vez obtenida la curva de resistividad- porosidad para cada uno de los polvos, se ha llevado a cabo el ajuste teórico de dichas curvas experimentales. Este ajuste permite

obtener los parámetros ρ_m , $\alpha_M = \rho_x \delta / (\rho_m r)$, m_d y n_d , necesarios para la ecuación de conductividad efectiva (Ecuación M8a y M8b) del modelo teórico (Capítulo 2, apartado 2.2.4).

4.1.8 Caracterización microestructural

A. Difracción de rayos X

La difracción de rayos X es una técnica no destructiva ampliamente utilizada para la caracterización de materiales cristalinos. Entre sus principales usos se encuentra la identificación de fases, análisis cuantitativo y la determinación de imperfecciones estructurales.

Se basa en el hecho de que cuando un haz de rayos X incide sobre un material cristalino es dispersado (*scattered*) produciendo fenómenos de interferencia destructiva en la mayor parte de las direcciones. Sin embargo, debido a la ordenación periódica de los átomos en el material, las ondas dispersadas se refuerzan en ciertas direcciones determinadas por la ley de Bragg:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$$

siendo λ la longitud de onda del haz de rayos X, d_{hkl} la distancia entre planos {h k l} que producen la dispersión constructiva (difracción), θ ángulo entre el haz de rayos X y los planos que producen difracción, y n es un número entero.

Como en un cristal hay diferentes familias de planos y con distintos espaciados, definidos por los parámetros reticulares de la red, existirán también varios ángulos para los que se cumple la ley de Bragg. Puesto que la estructura cristalina es algo característico de cada material y no existen dos sustancias con la misma estructura cristalina, el conjunto de espaciados entre sus planos también será único para cada cristal. Así pues, se constata que no existen dos sustancias cristalinas con el mismo diagrama de difracción, de modo que, a partir de esta técnica pueden identificarse las fases que forman un material cristalino cualquiera.

En este trabajo, el difractómetro empleado ha sido un Bruker D8 Advance, del Servicio de Rayos X de la Universidad de Sevilla (Figura 4.10), usando radiación $\text{CuK}\alpha$, y colocando aperturas de 1° , 1° , 1° y 0.05° . Los difractogramas para identificación de fases se han realizado con un paso de 0.05° y 3 s. Para el análisis cualitativo de las fases presentes en las muestras se ha utilizado la aplicación Eva[®] del paquete Diffracc-Plus[®], suministrado por Bruker[®].



Figura 4.10. Difractómetro Bruker D8 Advance.

B. Microscopía electrónica de barrido

La forma de las partículas de polvo de todos los materiales de partida empleados ha sido caracterizada en detalle mediante microscopía electrónica de barrido, SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

La microscopía electrónica de barrido resulta fundamental para el estudio superficial de materiales en forma de polvo, ya que su principal ventaja radica en la gran profundidad de campo que permiten alcanzar, permitiendo obtener representaciones con apariencia tridimensional. Con la observación a través de la señal de electrones secundarios, SE (*Secondary Electrons*), se pueden distinguir en el material características como geometría, rugosidad y porosidad superficial abierta.

El SEM utilizado para estos trabajos es un Philips XL-30 del Servicio de Microscopía de la Universidad de Sevilla, con un sistema de microanálisis por EDX (*Energy Dispersive X-ray microanalysis*), Figura 4.11.

Para estudiar cada uno de los materiales en SEM, se ha depositado una muestra de polvo sobre una cinta adhesiva conductora de doble cara, previamente adherida sobre un portamuestras.



Figura 4.11. Microscopio electrónico de barrido Philips XL-30.

C. Microscopía óptica

Con el fin evaluar la variación del tamaño de grano de los compactos, es necesario conocer el tamaño de grano de los polvos de partida. Para ello, cada uno de los polvos de partida utilizados han sido preparados metalográficamente, y posteriormente observados en el microscopio óptico.

Preparación metalográfica de los polvos

El primer paso de la preparación metalográfica es su embutición de una muestra del polvo en una resina epoxy (Epofix de Struers), de forma que se obtiene una pastilla fácil de manejar. El proceso de empastillado se lleva a cabo en frío, empleando unos moldes de plástico (Figura 4.12a). Se deposita una muestra de polvo en el fondo de dichos recipientes, y después se cubre con la resina, hasta una altura de aproximadamente 1.5 cm. Cuando la resina se ha endurecido, tras un tiempo mínimo de 24 horas, se extrae la pastilla del molde, con el polvo embutido y listo para su preparación (Figura 4.12b).

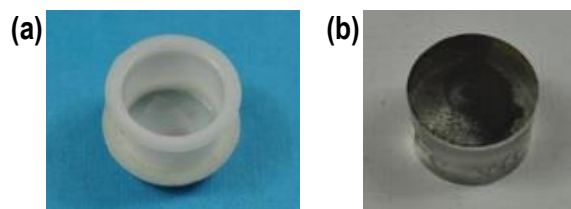


Figura 4.12. a) Molde empleado para embutir el polvo. b) Detalle de una muestra de polvo embutido y preparado metalográficamente.

A continuación se realiza un desbaste fino, empleando lijas de 1000, 2400 y 4000. Este proceso de desbaste se lleva a cabo en la lijadora orbital Struers Knuth-Rotor-3

(Figura 4.13), siempre empleando un enfriamiento con chorro de agua directamente sobre la lija, que impide el sobrecalentamiento de la muestra, al mismo tiempo que permite retirar los restos eliminados de la superficie de la muestra. Es importante realizar, después de cada uno de estos pasos, una limpieza de la muestra con agua.



Figura 4.13. Lijadora orbital Struers Knuth-Rotor-3.

Después se procede al pulido de las muestras. En el caso de los polvos de hierro y níquel, se ha empleado una rueda giratoria húmeda (pulidora Struers LaboPol-6, Figura 4.14) cubierta con un paño especial, el cual se empapa con una disolución de partículas abrasivas de alúmina (de 0.4 a 1.0 μm) en agua. Para las probetas de aluminio, el pulido se llevó a cabo de forma manual, con un paño cargado con óxido de magnesio en polvo (Magnet), y humedecido con agua.

Tras el pulido, además de la limpieza con agua, es necesaria una limpieza mediante un baño de ultrasonido, para evitar que queden restos de abrasivo entre las partículas de polvo.



Figura 4.14. Pulidora Struers LaboPol-6.

Una vez pulida la muestra de polvo, se lleva a cabo el ataque, con el fin de revelar la microestructura del material. Para ello, se emplea un reactivo apropiado según el material, sometiendo la superficie pulida a su acción química. La Tabla 4.1 recoge los reactivos empleados para cada uno de los polvos de partida utilizados en esta Tesis.

Tabla 4.1. Reactivos para el ataque químico de las muestras: material de aplicación, composición y modo de empleo.

Material	Reactivo	Composición	Aplicación
Hierro	Nital	Ácido Nítrico diluido al 5% con alcohol etílico	Por frotamiento, durante 5-10 s.
Aluminio	Keller	Ácido Fluorhídrico (HF), 2.5 ml	Por inmersión, durante 5-10 s
		Ácido Clorhídrico (HCl), 1.5 ml	
		Ácido Nítrico (HNO ₃), 2.5 ml	
		Agua (H ₂ O), 93.5 ml	
Níquel	Norma ASTM-e407 ^[110]	Disolución de 10 g CuSO ₄ en 50 ml HCl y 50 ml agua	Por inmersión, durante 5-60 s.

Análisis micrográfico

El microscopio utilizado para obtener las micrografías ópticas es el Nikon Epiphot modelo 200 (Figura 4.15), con ocular de 10X y objetivos de 5X, 10X, 20X, 50X y 100X. La captación de imágenes se lleva a cabo mediante una cámara digital Nikon CoolPix acoplada al microscopio.

**Figura 4.15.** Microscopio óptico Nikon Epiphot modelo 200, empleado en la caracterización microestructural de los compactos.

Se han obtenido imágenes de las muestras de polvo preparadas metalográficamente, antes y después del ataque químico. A partir de estas últimas, se ha determinado el tamaño medio de grano de cada uno de los polvos, siguiendo el procedimiento descrito en las nor-

mas UNE-EN ISO 643 ^[111] y ASTM E112-13 ^[112]. En particular, se ha aplicado una adaptación del *método del segmento interceptado*, en este caso, sin tener en cuenta los espacios entre partículas.

4.2 Procesado previo de los polvos: Molienda

Para el caso del polvo de aluminio fue necesario un procesado previo de los polvos, a través del método de molienda o aleado mecánico. El aleado mecánico es una técnica de procesado de polvo en estado sólido, desarrollada por John Benjamin en 1966 ^[113], que permite obtener un material homogéneo a partir de mezclas de polvos elementales. Se lleva a cabo en un molino de bolas de alta energía, constituido por un tambor estático y un rotor, y por lo general en seco, aunque en ocasiones se realiza en húmedo o en combinación de partículas de polvo sólidas y líquidas ^[114, 115, 116, 117, 118, 119].

Durante la molienda, los polvos sufren procesos repetitivos de deformación y soldadura en frío, fractura y resoldadura de las partículas de polvo. Las etapas en las que predomina la soldadura y la fractura se van sucediendo y alternando, por lo que la estructura de las partículas es continuamente refinada y homogeneizada, reduciéndose el tamaño con el tiempo. Finalmente, se alcanza un equilibrio entre los procesos de fractura y soldadura (Figura 4.16) y el tamaño de partícula alcanza un estado estacionario ^[119].

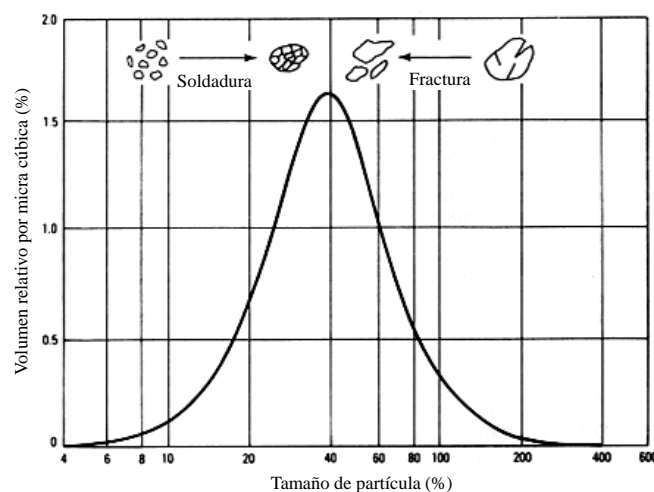


Figura 4.16. Evolución del tamaño de partícula durante el aleado mecánico.

Las altas energías de colisión entre las bolas, usadas como medio de molienda, deforman plásticamente a las partículas de polvo que haya entre ellas (Figura 4.17). Cada vez que se producen colisiones entre las bolas, las partículas de polvo contenidas entre ellas

son deformadas creándose así nuevas superficies. Estas nuevas superficies tienen gran tendencia a la oxidación, por lo que el proceso de molienda suele ser realizado en ausencia de aire, bien en vacío o en atmósfera de gas inerte.

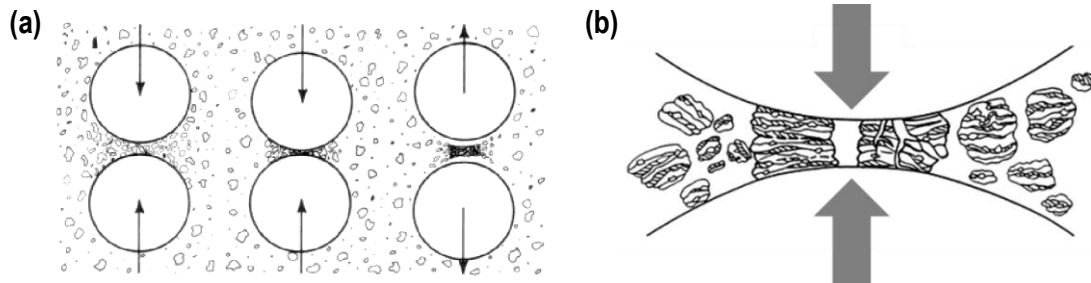


Figura 4.17. a) Efecto de las bolas sobre el polvo, y b) deformación de las partículas de polvo entre dos bolas durante la molienda.

Alcanzado el estado estacionario, todas las partículas contienen la mezcla de material de partida en la misma proporción y, debido a la energía de deformación acumulada, alcanzan un nivel de dureza también estable (saturación). Debido a la facilidad y la rapidez con la que es reducido el tamaño de partícula, el aleado mecánico es muy utilizado para la síntesis de materiales de tamaño nanométrico ^[120, 121, 122, 123, 124, 125, 126].

El aleado mecánico es un proceso complejo en el cual intervienen un elevado número de variables (materiales de partida, tipo de molino, velocidad de giro del rotor, tiempo de molienda, temperatura, atmósfera, relación de carga, agente controlador del proceso, etc.), las cuales condicionan la evolución de la molienda y las características del polvo obtenido, y que no son totalmente independientes entre sí ^[127, 128]. Es necesario conocer a la perfección dichas variables para saber cómo afectan y así poder adaptar el proceso de acuerdo a conseguir la fase y microestructura deseada.

La particularidad del aleado mecánico yace en la obtención de nuevas aleaciones imposibles de fabricar por otros métodos. En otras ocasiones, también puede emplearse para mejorar las prestaciones de cierta aleación homogeneizándola, refinando su microestructura o creando fases cristalinas metaestables ^[129, 130]. Sin embargo, en la presente Tesis, el método de molienda no ha sido empleado para ninguna de las principales aplicaciones del aleado mecánico, sino únicamente como un corto tratamiento previo del polvo de aluminio, con el fin de eliminar su capa de óxido superficial, de manera que fuera posible su uso posterior para fabricar compactos a través de la técnica SRE-MF.

Debido a la alta capacidad de oxidación que presenta el polvo de aluminio, este no pudo ser utilizado tal y como es suministrado por el fabricante para el proceso de SRE.

Tras realizar varias pruebas de sinterización eléctrica, todas ellas sin éxito, se llegó a la conclusión de que el problema estaba en la capa de óxido formada en la superficie de las partículas de polvo de Al, debido al paso del tiempo desde que el polvo es fabricado y envasado hasta su uso en el laboratorio. Esta capa de óxido, muy resistiva, no permite el paso de la corriente eléctrica necesaria durante el proceso de consolidación eléctrica.

Así, se decidió probar un breve proceso de molienda, tras el cual se pudo comprobar que el polvo consolidaba perfectamente por sinterización eléctrica. A continuación se detallan las condiciones elegidas para llevar a cabo dichas moliendas.

Tipo de molino

El attritor es considerado como uno de los mejores molinos para el proceso de aleación mecánica ^[131, 132, 133]. Además, permite procesar cantidades considerables de polvo en tiempos no muy elevados. Por estos motivos se eligió este tipo de molino. El molino empleado es de la empresa Union Process y consta de un motor de eléctrico de 186 W con variador continuo de velocidad entre 0 y 650 rpm. La vasija, de acero inoxidable, tiene una capacidad de 1400 cm³ y está refrigerada mediante una camisa. El agitador es de acero inoxidable y los brazos son de colmonoy (Ni-17Cr-3Fe). Incorpora un barrefondo para desplazar las bolas de la zona muerta del fondo de la vasija ^[134] hacia regiones más activas, mejorándose la circulación de polvo y bolas.

Relación de carga, y carga total del molino

Se ha escogido una relación de carga de 50:1, habiéndose cargado el molino con un total de 72 g de polvo y 3600 g de bolas.

Tamaño y densidad de las bolas

Se han utilizado bolas de acero al cromo níquel con un diámetro de 4.65 mm y densidad 7.9 g/cm³, empleadas en rodamientos, Figura 4.18a. Este acero se ajusta a las especificaciones DIN 1.3505 y AISI E52100 pudiéndose encontrar comercialmente con las denominaciones SKF-3 o Rodfor, Forjas Alavesas.

Atmósfera de molienda

Se han realizado moliendas en vacío, para no modificar la composición del polvo de aluminio. La tapadera empleada está especialmente diseñada para la vasija del molino (Figura 4.18b), y permite controlar la atmósfera en la que ocurre el proceso.

Porcentaje de agente controlador del proceso (ACP)

No se ha añadido ningún agente controlador del proceso (0% ACP), para no modificar la composición de este material.

Velocidad y tiempo de molienda

Todas las moliendas se han realizado a 500 rpm. El tiempo de las moliendas ha sido mínimo, como mucho 5 minutos, para evitar problemas de soldadura del polvo, y una alteración de su microestructura original.

El polvo obtenido tras la molienda se ha denominado Al AS61 AM, para diferenciarlo del polvo sin moler, Al AS61 ER, en la caracterización llevada a cabo a ambos materiales (Capítulo 5). No obstante, el polvo molido será el empleado para todas las experiencias SRE-MF, por lo que, en los resultados presentados en el Capítulo 6, se ha optado por reducir la designación de este polvo a Al AS61.

(a)



(b)



Figura 4.18. a) Bolas de acero al cromo níquel para la molienda, y b) tapadera de la vasija del molino.

4.3 Experiencias de SRE-MF

El protocolo seguido para la realización de las experiencias SRE-MF se describe a continuación.

4.3.1 Puesta en marcha del equipo de SRE-MF

En todas las experiencias, se comienza con la puesta en marcha de la máquina de soldadura, es decir, el encendido eléctrico del equipo y la conexión de la refrigeración.

En la carátula de maniobra de la máquina se selecciona el número de programa (Figura 4.19), que será diferente para cada material a consolidar.



Figura 4.19. Detalle del selector del número del programa de trabajo incorporado en la carátula de maniobra de la máquina de SRE-MF.

En la Tabla 4.2 se indica el número de programa correspondiente a cada uno de los cuatro polvos empleados en este trabajo.

Tabla 4.2. Número de programa seleccionado en la máquina de soldadura para los diferentes polvos sinterizados.

Nº de programa en la máquina de SRE-MF	Material
1	Hierro Fe WPL200
2	Aluminio Al AS61
3	Hierro Fe NC100
4	Níquel Ni T255

4.3.2 Preparación de la matriz con el polvo a sinterizar

Una vez preparada la máquina, se procede a la preparación y montaje del juego de troqueles y el polvo a sinterizar. En primer lugar hay que preparar los punzones y las obleas. Antes de cada experiencia, es importante una buena limpieza de estos elementos. Hay que asegurarse de eliminar cualquier resto de una experiencia anterior, ya que puede dificultar el paso de corriente eléctrica a través de los electrodos durante la experiencia. La limpieza se realiza con acetona y, si fuera necesario, se aplica también una limpieza previa con un limpia-metales de uso comercial.

Se toman medidas tanto de los punzones como de las obleas, que se anotarán posteriormente en el archivo Excel de adquisición de datos, ya que son utilizadas para el cálculo

del desplazamiento en el posterior procesado de resultados. Las dimensiones necesarias son: diámetro de los punzones, altura total del conjunto de los dos punzones, y altura total del par de obleas. Este proceso se realiza solo cuando alguno de estos elementos haya cambiado o haya sido modificado.

A continuación se prepara la matriz. En primer lugar, se realiza una limpieza con acetona del interior del tubo cerámico contenido entre las dos mordazas metálicas, para eliminar posibles restos de grafito o polvo de una experiencia anterior.

Después se procede a la lubricación de la matriz, para lo cual se ha empleado una suspensión en acetona de grafito en polvo. La proporción de la suspensión lubricante es de 2 g de grafito por cada 25 ml de acetona. La aplicación del lubricante sobre la pared interna del tubo cerámico se consigue vertiendo la suspensión preparada en su interior, tapando el orificio inferior de manera que no se salga y, cuando el tubo está lleno, destapando para que la suspensión salga. De esta forma, la pared interior del tubo resulta impregnada de la suspensión y, cuando la acetona se evapora completamente, únicamente queda una fina película de polvo de grafito. El grafito, al cubrir toda la superficie interior del tubo, evita que el polvo prensado dañe estas paredes, además de facilitar la introducción y extracción de las obleas y del compacto final.

El siguiente paso, antes del montaje del sistema, es preparar el polvo que se va a sinterizar. La masa de polvo es específica para cada material, y viene determinada principalmente por su porosidad de golpeo y su resistencia eléctrica. Las masas se han determinado de manera que la altura de la columna inicial de polvo no sea excesiva, y de que haya espacio suficiente en el interior de la matriz para el polvo, los punzones y las obleas; además, debe permitir el paso de corriente a través de la columna de polvo durante la experiencia, por lo que su resistencia eléctrica debe garantizar que aplicando 10 V, la intensidad supere los 200 A. Una columna de polvo demasiado alta puede impedir el paso de la corriente eléctrica especificada, de manera que la experiencia no finaliza correctamente (no se produce la compactación del polvo). Sin embargo, por otro lado, la masa de polvo debe ser suficiente para que el compacto final tenga una altura mínima que permita su posterior caracterización.

En la Tabla 4.3 se indican las masas utilizadas (escogidas mediante experiencias previas de ensayo y error) para cada uno de los materiales.

Tabla 4.3. Masa, de los diferentes polvos, empleada para la fabricación de compactos mediante SRE-MF.

Material	Hierro	Aluminio	Níquel
Masa de polvo inicial	4 g	2 g	3 g

El siguiente paso es el montaje del juego de troqueles con el polvo en su interior. Se coloca el electrodo inferior en una superficie plana y limpia, y se pone una de las obleas encima del punzón (Figura 4.20-I). Se coloca la matriz sobre dicho electrodo, de manera que el punzón entre en el tubo cerámico (Figura 4.20-II), y después se vierte el polvo por el extremo superior del tubo (Figura 4.20-III). Se vibra suavemente la matriz, para que la superficie de la columna de polvo quede lo más plana posible, y así se facilite el buen contacto con la oblea superior. Por último, se introducen la segunda oblea y después el punzón superior (Figura 4.20-IV), presionando levemente para asegurar el contacto entre todos los elementos del sistema.

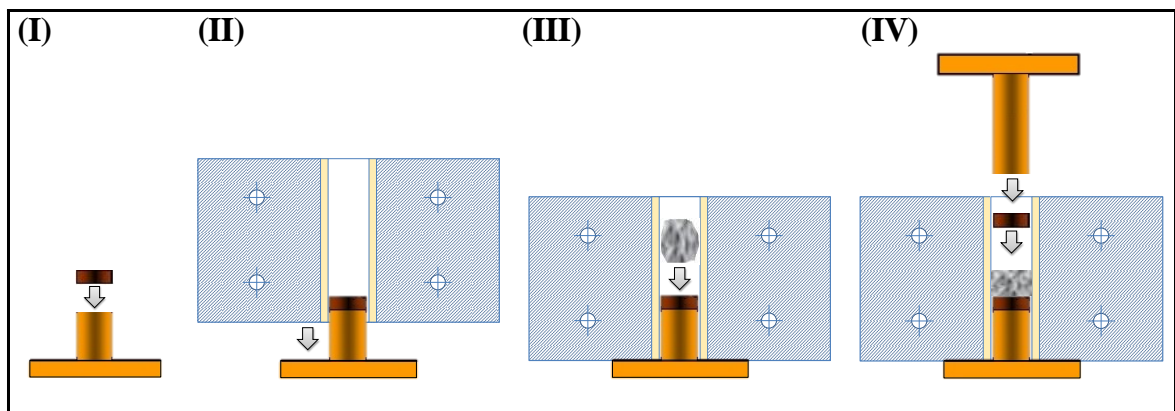


Figura 4.20. Secuencia de montaje del juego de troqueles (matriz y electrodos), con el polvo a sinterizar en su interior.

El montaje completo se lleva hasta la máquina de soldadura, sujetándolo con las manos por la base del punzón inferior, y se coloca sobre la plataforma de cobre en la bancada inferior del equipo, tal y como se puede ver en la imagen de la Figura 4.21.

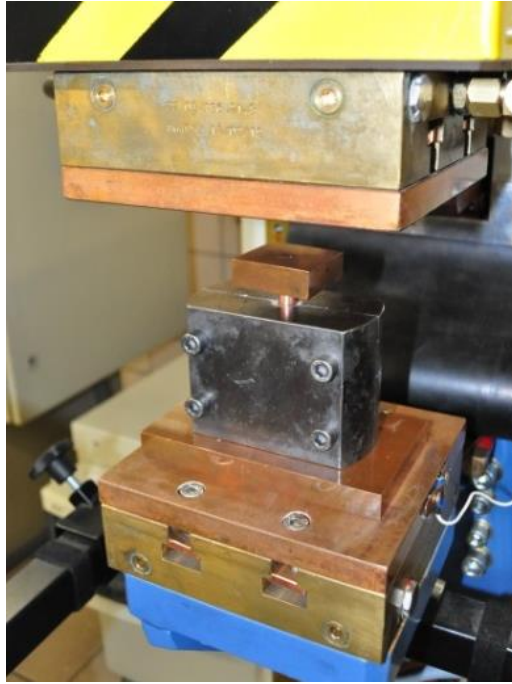


Figura 4.21. Montaje completo del juego de troqueles con el polvo a sinterizar en su interior, colocado en la bancada inferior de la máquina, y preparado para la ejecución de una experiencia SRE-MF.

4.3.3 Programación de la experiencia

Cuando se ha terminado de preparar el montaje de la matriz con el polvo y se ha colocado en la máquina, se procede a la configuración de los parámetros de la experiencia a través de la aplicación informática CPC-Connect, descrita en el apartado 3.1.2 del Capítulo 3. En este *software*, entrando en la pantalla de programación correspondiente al mismo número de programa que se haya seleccionado previamente en la máquina, se procede a configurar los parámetros elegidos para la experiencia de SRE-MF que se va a realizar.

En primer lugar se programa el modo de trabajo de la máquina de soldadura. Se han configurado de igual forma para todas las experiencias, en base a investigaciones anteriores llevadas a cabo por los directores de esta Tesis. La configuración establecida para el presente trabajo se recoge en la Tabla 4.4.

Tabla 4.4. Modos de trabajo de la máquina de soldadura, cuyos valores han sido fijados para todas las experiencias de SRE-MF llevadas a cabo en el presente trabajo.

Modos de trabajo de la máquina de soldadura		Modo / Valor seleccionados
<i>Electrodo</i>	Electrodo empleado en el programa actual.	1
<i>Enviar Wise</i>	Control adaptivo de regulación de la máquina.	SÍ
<i>Modo Ciclo</i>	Determina la forma en que se suceden los distintos tiempos de una secuencia de soldadura.	Único ⁽ⁱ⁾
<i>Modo KSR</i>	Modo de regulación de la corriente.	Corriente Constante ⁽ⁱⁱ⁾
<i>Tolerancia (+) y Tolerancia (-)</i>	Tras cada soldadura se calcula el % de error entre el parámetro programado (Pp) y el medido (Pm). Si el valor calculado supera los límites de Tolerancia, se genera un error. $error(\%) = [(Pm - Pp) / Pp] \times 100$	(+) 10 y (-) 10
<i>Consigna</i>	Parámetro que puede emplearse en las ecuaciones de comparación y copia del PLC. De utilizada para modificar el comportamiento del PLC por medio de la unidad de programación TP-10.	0
<i>Agresividad</i>	Aumento de la pendiente de subida de la corriente de soldadura (adecuado para soldadura de tuercas sobre chapas).	0

⁽ⁱ⁾ Independientemente de la duración de activación de marcha de la máquina, solo se ejecuta un ciclo de soldadura.

⁽ⁱⁱ⁾ Basta programar la corriente de soldadura deseada en kA.

* El resto de modos o parámetros de configuración de trabajo no aparecen debido a que, al seleccionar el modo de trabajo Corriente Const., dichos valores dejan de intervenir en la experiencia de SRE-MF.

A continuación, se programan los parámetros principales de la experiencia. En el trabajo llevado a cabo en esta Tesis, la mayoría de los parámetros han sido fijados para todas las experiencias realizadas y para los cuatros polvos utilizados. Solo son tres los parámetros que se han tomado variables, con el fin de estudiar su influencia en el proceso de consolidación y en las propiedades finales de los compactos fabricados. En la Tabla 4.5 se recogen los principales parámetros del proceso, modificables a través del CPC-Connect, indicando los valores elegidos para el caso de aquellos parámetros fijos.

En todas las experiencias tienen lugar el prensado y la sinterización por paso de corriente eléctrica de forma simultánea. Con la carga de compresión, EV_{Pi} (expresada en unidades de kN), se programa la presión que se desea aplicar en la experiencia de SRE-MF. Dicha carga comienza a aplicarse durante un corto periodo de tiempo antes de que comience el paso de corriente eléctrica. Así, el tiempo de aproximación (Apx) indica los

milisegundos que tarda el cabezal superior de la máquina en bajar y tocar el punzón superior de la matriz, momento en el cual comienza a aplicarse la presión EVPi programada; esta carga seguirá aplicándose durante un corto periodo (tiempo de apriete, Apr), antes de que comience a pasar corriente eléctrica, y se mantiene hasta el final del proceso de consolidación.

Tabla 4.5. Principales parámetros modificables en una experiencia de SRE-MF.

Parámetros de una experiencia de SRE-MF		Valor
Tensiones		
EVPI	Esfuerzo de soldadura inicial. Carga aplicada por la unidad de esfuerzo de la máquina, expresado en kN.	Variable
Intensidades		
I1i	Intensidad de corriente del tren de soldadura 1 (precalentamiento).	3.0 kA
I2i	Intensidad de corriente del tren de soldadura 2 (calentamiento).	Variable
I3i	Intensidad de corriente de la etapa de enfriamiento.	0.01
Tiempos		
Apx	Tiempo de aproximación: tiempo de bajada del cabezal superior de la máquina (unidad de esfuerzo) hasta la pieza a soldar.	100 ms
Apr	Tiempo de apriete: tiempo de aplicación de la carga de compresión, previo al comienzo de paso de la corriente I1i.	200 ms
ts1	Tiempo de soldadura 1: tiempo de paso de la corriente eléctrica I1i.	10 ms
tf1	Tiempo frío 1: tiempo de aplicación de presión sin paso de corriente eléctrica.	0
SIUp	Tiempo de slop ascendente: tiempo de subida de la corriente de soldadura desde el nivel inicial (potencia de soldadura 1) a un nivel superior (potencia de soldadura 2).	0
ts2	Tiempo de soldadura 2: tiempo de paso de la corriente eléctrica I2i.	Variable
SIDn	Tiempo de slop descendente: tiempo de bajada de la corriente de soldadura desde el nivel de potencia de soldadura 1 a un nivel inferior (potencia de soldadura 3).	0
tf2	Tiempo frío 2: tiempo sin paso de corriente entre dos tiempos de soldadura 2. ⁽ⁱ⁾	0
tf3	Tiempo frío 3: tiempo sin paso de corriente previo al tiempo ts3.	0
ts3	Tiempo de soldadura 3: tiempo de paso de la corriente eléctrica I3i.	0 ms
Enf	Tiempo de enfriamiento, aún con carga de compresión aplicada.	300 ms
Int	Tiempo de intervalo: tiempo de apertura de los electrodos. ⁽ⁱⁱ⁾	50 ms

⁽ⁱ⁾ tf2: Para un modo de trabajo diferente al modo de ciclo único, y permite soldaduras continuas.

⁽ⁱⁱ⁾ Int: Empleado principalmente en ciclos repetidos de soldadura.

En cuanto al ciclo de sinterizado, consta de dos trenes de soldadura, que se corresponden con una primera *etapa de precalentamiento* y con una segunda *etapa de calentamiento*, seguido de una última *etapa de enfriamiento*.

El primer tren de soldadura, *etapa de precalentamiento*, es un pulso de corriente corto en el tiempo y con una intensidad menor, con lo que se pretende provocar una reducción de la resistencia de los polvos para después realizar la sinterización propiamente dicha. La

existencia de este periodo permite reducir el tiempo de regulación de la corriente en el segundo periodo. En la *etapa de calentamiento* es cuando se produce la sinterización, y los polvos reciben la mayor parte de la energía calorífica. Y por último, concluido el ciclo de sinterizado, sigue una *etapa de enfriamiento*, en la que se anula el paso de corriente, siendo esta la etapa previa a la retirada de la carga y final de la experiencia.

Los parámetros modificables de estas tres etapas se muestran en la Figura 4.22.

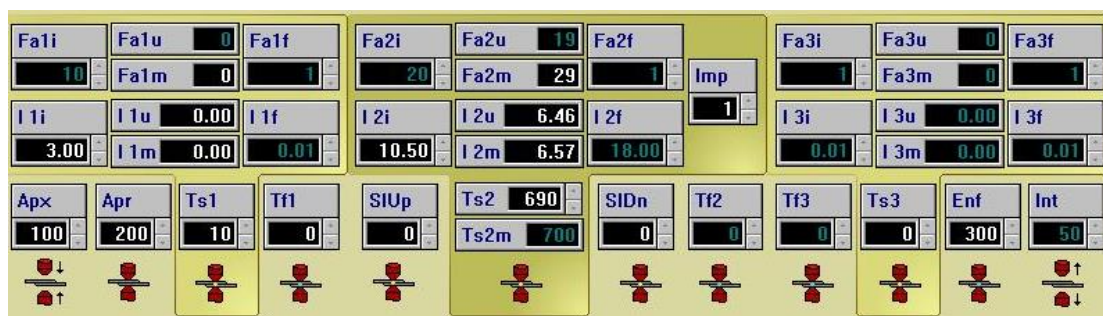


Figura 4.22. Detalle de la interfaz del CPC-Connect para la programación de los parámetros de las tres etapas de soldadura (sinterización) en una experiencia de SRE-MF: Etapas de precalentamiento (izquierda), calentamiento (centro) y enfriamiento (derecha).

Con los parámetros de intensidad, I_{1i} , I_{2i} e I_{3i} (Tabla 4.5 y Figura 4.22) se le indica a la máquina a qué intensidad de corriente se desea realizar el proceso de sinterización, para cada una de las tres etapas. Sin embargo, dado que la máquina desconoce qué resistencia eléctrica presenta el espécimen a sinterizar, no puede proporcionar la intensidad requerida de forma instantánea. La máquina invierte algunos instantes de tiempo (milisegundos) en conseguir la regulación. A la dificultad inherente de la regulación se añade el hecho de que la resistencia eléctrica del espécimen varía gradualmente en los primeros instantes del paso de corriente.

Los tiempos de sinterizado $ts1$, $ts2$ y $ts3$ son aquellos durante los cuales están pasando las corrientes $I1i$, $I2i$ e $I3i$ respectivamente (Tabla 4.5 y Figura 4.22). Dar un valor adecuado a este parámetro es fundamental para poder alcanzar el régimen permanente de corriente, ya que, si es demasiado breve, la máquina es incapaz de regular la corriente. No obstante, existen otros tiempos que intervienen en una experiencia de SRE-MF. La secuencia completa de tiempos programables (descritos en la Tabla 4.5) es la que se muestra en esquema de la Figura 4.23.

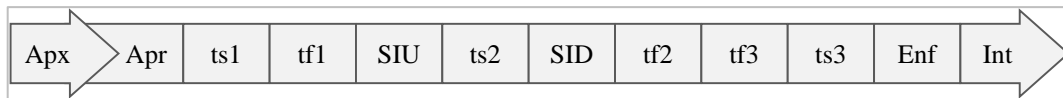


Figura 4.23. Secuencia de tiempos programables para una experiencia SRE-MF a través del software CPC-Connect.

Se han mencionado únicamente los parámetros básicos, y que han sido con los cuales se ha trabajado en esta Tesis, aunque existen otros parámetros que se pueden modificar en el caso que las experiencias no den los resultados obtenidos.

Parámetros elegidos para las experiencias SRE-MF

Los tres parámetros tomados como variables en este trabajo han sido: la carga de compresión aplicada durante el proceso, EVPi, y la intensidad y el tiempo de paso de la corriente eléctrica del tren principal de soldadura, I2i y ts2. Los valores para estos parámetros se han elegido, al igual que los parámetros fijos, a partir de los datos de trabajos anteriores llevados a cabo por el grupo de investigación donde se desarrolla esta Tesis.

Así, para los cuatro polvos utilizados, se han realizado experiencias aplicando tres presiones diferentes: 10.6, 12.0 y 13.3 kN, equivalentes a 80, 90 y 100 MPa. Y, para cada una de estas presiones, la intensidad y los tiempos de sinterización se han variado según los valores que se recogen en la Tabla 4.6. Además, para cada combinación de valores (*presión – intensidad – tiempo*) se ha fabricado, al menos, una pareja de compactos idénticos, con el fin de poder llevar a cabo una caracterización completa y evaluar los resultados según los parámetros empleados.

Tabla 4.6. Valores de intensidad y tiempo de sinterización con los cuales se han realizado experiencias de SRE-MF para las tres presiones de compactación (80, 90 y 100 MPa).

Material	Intensidades I2i	Tiempos ts2 [ts] ⁽ⁱ⁾
Hierro	Desde 4.5 kA hasta 10.5 kA, con saltos de 0.5 kA.	290, 390, 490, 590 y 690 ms [300, 400, 500, 600 y 700 ms]
Aluminio	Desde 5.0 kA hasta 8.0 kA, con saltos de 0.5 kA.	
Níquel	Desde 5.0 kA hasta 12 kA, con saltos de 1.0 kA.	

⁽ⁱ⁾ $ts = ts1 + ts2$, con $ts1$ (parámetro fijo) = 10 ms.

4.3.4 Ejecución de la experiencia SRE-MF

Tras programar la experiencia a través del CPC-Connect, se establece conexión entre la máquina de soldadura y el archivo Excel de adquisición, que permitirá capturar los datos y parámetros de cada experiencia, y después procesar los resultados.

Es importante tener en cuenta que, durante el tiempo empleado en la configuración de parámetros de la experiencia, se permite que la temperatura del montaje se equilibre con la temperatura de la máquina; más concretamente, con la temperatura de la placa de cobre fijada a la bancada inferior de la máquina, en la cual se encuentra instalado el sensor de temperatura. Así, antes de la experiencia se anotará, entre otros datos necesarios (como los datos del polvo, dimensiones de los electrodos, etc.), la temperatura inicial del juego de troqueles, a partir de la lectura del termómetro digital acoplado.

Con el archivo Excel de adquisición en “*espera de nuevos datos*”, y la máquina SRE-MF preparada para la soldadura, se puede ejecutar la experiencia de sinterización. Únicamente hay que activar los dos mandos de activación de la máquina, y mantenerlos pulsados hasta que termina la experiencia; es decir, hasta que termine la secuencia: bajada del cabezal superior hasta que toca el electrodo superior, aplicación de presión y corriente (sinterización), y subida el cabezal superior hasta su posición inicial. Cuando se ha parado el cabezal, se sueltan los pulsadores y se espera a que el archivo Excel adquiera los datos de la experiencia, para su posterior procesado. En este archivo, además de volcarse todos los parámetros programados a través del CPC-Connect (presión, intensidades, tiempos, etc.), se registran los datos de *Intensidad*, *Tensión*, *Fuerza* y *Posición* durante la experiencia de consolidación eléctrica.

El compacto se podrá extraer del interior del juego de troqueles una vez que este se haya enfriado. A la pieza sinterizada se le mide su masa, altura y diámetro. Con estos valores, el archivo Excel permite procesar los datos adquiridos durante la sinterización, y obtener los valores, tablas y gráficas correspondientes a la experiencia de SRE-MF ejecutada.

4.4 Caracterización y evaluación de los compactos

Todos los compactos fabricados mediante la nueva técnica SRE-MF, a partir de cada uno de los polvos metálicos, se han caracterizado empleando diferentes técnicas.

Se han medido una serie de propiedades, como la densidad por dimensiones, la porosidad y la resistividad eléctrica, relacionándolas todas ellas con la energía específica apor-

tada durante el proceso de sinterización. Además, se han realizado estudios micro y macroestructurales.

Por último, se han llevado a cabo ensayos de compresión y de microdureza Vickers, cuyos resultados se han relacionado a su vez con la energía específica aportada durante la sinterización, con el fin de encontrar una tendencia y justificar los resultados obtenidos.

4.4.1 Densidad, porosidad y energía térmica específica

Tras la fabricación de cada uno de los compactos, se eliminan las rebabas, empleando un papel de lija, por abrasión en seco.

Una vez preparado el compacto, se procede a la medida del peso y dimensiones, para así calcular su densidad aparente. Las masas se han obtenido mediante una balanza Denver SI-2002, con apreciación de centésima de gramo. Para las dimensiones se ha empleado un calibre digital Mahr, con apreciación de centésimas de milímetro. Al ser todas las probetas de forma cilíndrica, para calcular el volumen se han medido 8 alturas (en la zona media y en las bases del cilindro) y 8 diámetros (en 8 lugares alrededor del cilindro).

A partir de estas medidas de dimensiones y peso, se ha obtenido el valor de la porosidad de todos los compactos, así como la energía térmica específica aportada durante el proceso de sinterización de cada uno de ellos. Estos valores se calculan a través de la macro de adquisición y tratamiento de datos, preparada para el equipo SRE-MF (apartado 3.2.3, Capítulo 3). A partir de los datos adquiridos, y tras introducir las medidas de masa y dimensiones, el archivo Excel permite calcular la porosidad (en %) y la energía térmica específica (kJ/g) para cada uno de los compactos fabricados.

La energía térmica aúna los parámetros de intensidad y tiempo de paso de la corriente eléctrica durante una experiencia de sinterización, aumentando su valor a medida que aumentan ambos parámetros. Así, el valor de la ETE da información del proceso de consolidación considerando los tres parámetros (I_2t y ts_2 , de forma directa, y la presión indirectamente al calcular el valor específico), tomados como variables en las experiencias de SRE-MF llevadas a cabo en este trabajo.

Además, para cada pareja de compactos iguales (a , b), fabricados con la misma combinación de los parámetros *presión – intensidad – tiempo*, se calcula el valor medio de las porosidades de ambas muestras. El resultado será el valor de porosidad Θ considerado para dicha combinación de parámetros.

$$\Theta = \frac{\Theta_{[a]} + \Theta_{[b]}}{2}$$

Por consiguiente, en los resultados presentados en el Capítulo 6 se tendrá, para cada presión, una tabla de resultados de porosidad, donde el valor en cada casilla es el valor medio de la porosidad obtenida para los compactos fabricados con las condiciones (*Intensidad - tiempo*) de esa casilla. Del mismo modo se procede con los resultados de energía térmica específica.

4.4.2 Medida de la resistencia eléctrica y cálculo de la resistividad

La resistividad eléctrica (ρ) se ha medido a todos los compactos fabricados en este trabajo. El valor de la resistividad eléctrica se obtiene a partir de la medida de la resistencia eléctrica (R). Para ello se emplea un medidor digital de resistencia eléctrica (micro-ohmiómetro) modelo CA-6240 de la empresa Chauvin Arnoux (Figura 4.24), el cual permite medir valores muy bajos de resistencia (del orden de los $\mu\Omega$).



Figura 4.24. Microohmiómetro modelo CA-6240 de la empresa Chauvin Arnoux.

La base del funcionamiento de este aparato de medida es un puente Kelvin, con el cual se determina el valor de la resistencia eléctrica a través del método de los cuatro puntos (Figura 4.25a). En la práctica, el dispositivo fabricado para la medida de la resistencia eléctrica en los compactos es el que se muestra en la imagen de la Figura 4.25b.

Por los dos puntos en los extremos se hace pasar corriente continua (I), a través de la resistencia que está siendo comprobada, efectuándose una medición de tensión (U) en los bornes de dicha resistencia. Entonces, el aparato muestra en pantalla el valor de la resistencia correspondiente a la relación U / I .

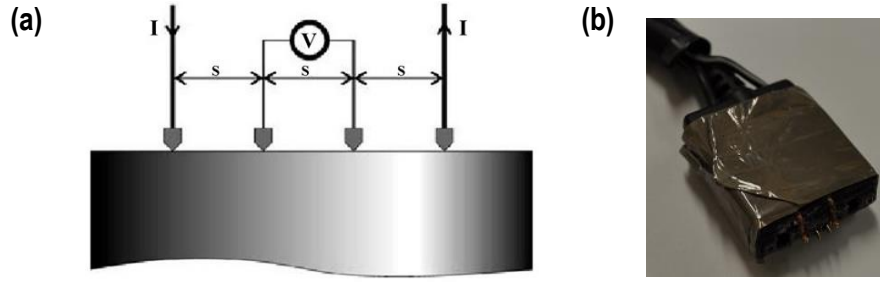


Figura 4.25. a) Esquema de la sonda empleada para medir la resistencia eléctrica, basado en el método de los cuatro puntos; b) bornes de medida de la resistencia eléctrica de los compactos.

El microohmiómetro, es decir, el puente de Kelvin, al cual van conectados los electrodos, suministra el valor de la resistencia eléctrica (R). Sabiendo que la distancia S empleada ha sido única e igual a 2 mm, la resistividad eléctrica se calcula de forma directa al introducir el valor de R en la siguiente fórmula:

$$\rho = 2\pi \cdot S \cdot R$$

Para cada compacto se han obtenido cuatro valores de la resistencia eléctrica (R_i), medidos en una de las bases del cilindro, y siempre a temperatura ambiente. En realidad, se han hecho ocho medidas a cada compacto, siendo cada uno de los cuatro valores de R_i el resultado de la media aritmética de dos medidas realizadas con polaridades invertidas: $R_i(+)$ y $R_i(-)$.

$$R_i = \frac{R_i(+) + R_i(-)}{2}$$

De cada medida de la R_i se obtiene un valor de la resistividad eléctrica ρ_i , es decir, se obtienen cuatro valores de la resistividad para cada compacto.

$$\rho_i = 2\pi \cdot S \cdot R_i$$

Y la resistividad eléctrica del compacto será la media aritmética de los cuatro valores ρ_i .

$$\rho = \sum_{i=1}^4 \rho_i$$

Por último, al igual que se hizo con los resultados de porosidad y energía térmica específica, hay que calcular el valor medio de la resistividades obtenidas para cada pareja de

compactos iguales (a , b), que será el valor final para cada combinación de parámetros (*presión – intensidad – tiempo*).

$$\rho = \frac{\rho_{[a]} + \rho_{[b]}}{2}$$

4.4.3 Análisis estructural

A. Preparación metalográfica

El objetivo final de la preparación metalográfica es obtener una superficie plana de la muestra y sin rayas, semejante a un espejo, de manera que se puedan estudiar a nivel tanto macro como microscópico. Para ello es necesario cortar la probeta, empastillarla y pulirla. El procedimiento seguido en el laboratorio para la preparación metalográfica de las muestras es relativamente sencillo, aunque requiere de experiencia, ya que la técnica se adquiere solo después de un trabajo práctico constante.

Corte y empastillado

Las probetas pequeñas, o con formas incómodas de manipular a la hora de su preparación metalográfica, requieren ser empastilladas, facilitando así las tareas de desbaste y pulido.

En primer lugar, es necesario cortar la probeta. Se ha utilizado la cortadora Struers modelo Discotom-2 (Figura 4.26a). El corte realizado ha sido, en todos los casos, un corte diametral, tal y como se muestra en la Figura 4.26b. Todos los compactos fabricados en este trabajo tienen forma cilíndrica, por lo que este plano de corte resulta el más apropiado para poder estudiar el sinterizado en las diferentes zonas de la probeta.

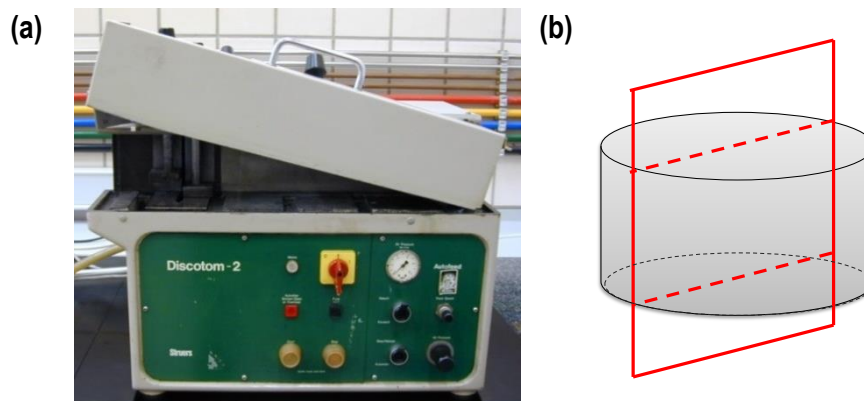


Figura 4.26. a) Cortadora Struers modelo Discotom-2; b) esquema del corte diametral de un compacto con forma cilíndrica.

Una vez que se ha cortado el compacto, una de las mitades será la que se prepare para su análisis metalográfico. Para ello, la muestra se embute en un material plástico sintético, que se acopla a la muestra en una prensa especial para empastillar. Se trata de un polímero termofijo, baquelita, muy resistente a la acción de los reactivos de ataque que se emplean posteriormente. La cantidad de resina se fija en función de la altura que se desea para la pieza final (ya que el diámetro es fijo, y viene impuesto según el cilindro de la prensa empastilladora). En la Figura 4.27a se muestra la prensa de empastillar empleada, Struers modelo CitoPress-10.

Tras introducir la muestra y la resina en el cilindro de moldeo de la prensa, se pone en marcha el equipo. La duración del proceso completo es de 5 minutos, durante los cuales tiene lugar un aumento de la temperatura hasta unos 150 °C, aplicándose simultáneamente una presión de 30 MPa. Una vez que la baquelita está adherida y curada, la muestra puede extraerse de la prensa. El resultado es una pieza con forma cilíndrica de tamaño aproximadamente uniforme, tal y como se muestra en la Figura 4.27b.

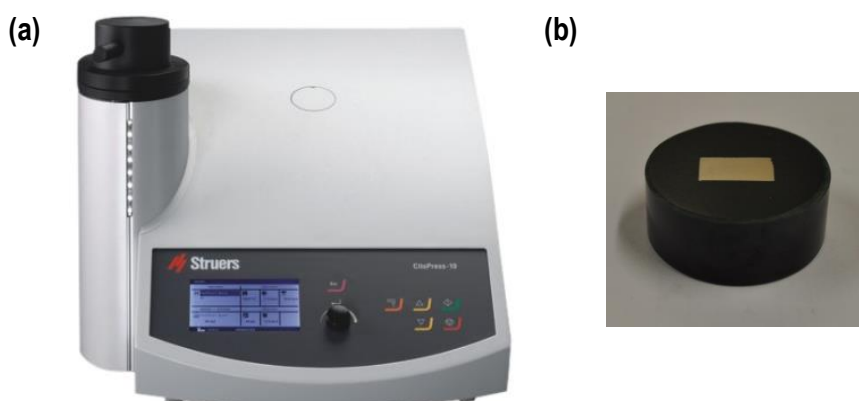


Figura 4.27. a) Prensa de empastillar Struers modelo CitoPress-10; b) imagen de una probeta empastillada.

Desbaste

Los bordes de la probeta, una vez cortada y empastillada, son rebajados a través de un desbaste grueso, empleando una lija de número 60 con abrasivo de carburo de silicio, con el fin de eliminar los filos cortantes de la pastilla de resina fabricada anteriormente, y facilitar su manipulación en los pasos posteriores. Para ello se emplea la desbastadora que se muestra en la Figura 4.28.

A continuación, se realiza un desbaste fino, empleando una serie de lijas 300, 600, 1000 y finalmente 2400 o 4000. El desbaste fino se lleva a cabo en la lijadora orbital

Struers Knuth-Rotor-3 (Figura 4.13). Del mismo modo que se ha descrito anteriormente, para la preparación de las muestras de polvo (apartado 4.1.8.C), es muy importante la limpieza con agua de la muestra entre cada uno de estos pasos.



Figura 4.28. Desbastadora metalográfica.

Pulido

El tiempo empleado y el éxito del pulido depende mucho del cuidado puesto durante los pasos en la etapa previa de desbaste. En esta etapa se consigue la última aproximación a una superficie plana y libre de rayas.

En la mayoría de los casos, se ha utilizado la pulidora Struers LaboPol-6 (Figura 4.14), siguiendo el procedimiento descrito en el apartado 4.1.8.C para el pulido de las muestras de polvo. Al igual que antes, después del pulido es necesaria una limpieza de la muestra con agua. El resultado final será una muestra libre de rayas, lista para su observación en el microscopio.

Ataque

El ataque químico que se aplica a las muestras, una vez que han sido pulidas, tiene como objetivo hacer visible su microestructura. Los reactivos empleados para cada uno de los materiales consolidados y preparados en este trabajo se indican en la Tabla 4.1 (apartado 4.1.8.C). Así, las partes elementales en la microestructura de la muestra, como fases y límites de granos, quedan visibles al microscopio óptico, e incluso se pueden diferenciar zonas de su estructura en las macrografías.

B. Macrografías

El estudio de un material hace necesaria una visión global de su estructura, comenzando por su observación macroestructural, para progresivamente emplear técnicas que permitan mayor magnificación y resolución.

La primera etapa en la caracterización estructural es, por tanto, a través de las macrográficas de las muestras. Para ello se ha empleado una cámara digital, Nikon D90 con objetivo AF Micro Nikkor 60 mm (1:2.8), obteniéndose primero las macrográficas de las muestras únicamente pulidas y, a continuación, de las muestras tras el ataque químico.

C. Microscopía óptica

Actualmente existen una gran variedad de sofisticados microscopios electrónicos, entre los que destacan el de transmisión (TEM) y el de barrido (SEM), los cuales superan con creces dos de las más importantes limitaciones de los microscopios ópticos: la resolución y profundidad de campo.

Sin embargo, la microscopía óptica sigue siendo una técnica muy útil para el estudio microestructural de los materiales. Tras la observación macroestructural, el microscopio óptico se puede considerar el paso intermedio y fundamental en la cadena de la caracterización estructural de materiales, sin el cual se perdería información básica acerca de ellos.

Debido al gran volumen de muestras que se han preparado en este trabajo, se decidió caracterizar todas ellas a nivel macroscópico y, únicamente una selección de aquellas más significativas para cada uno de los materiales estudiados, han sido caracterizadas a nivel microscópico. Y, al igual que en el caso de las macrográficas, se han obtenido imágenes de las muestras preparadas antes y después del ataque químico.

El microscopio utilizado para obtener las micrográficas ópticas es el Nikon Epiphot modelo 200 (Figura 4.15). La captación de imágenes se lleva a cabo, al igual que en el caso de la caracterización de los polvos de partida (apartado 4.1.8.C), mediante una cámara digital Nikon CoolPix acoplada a este microscopio. Así, para cada muestra, se han tomado imágenes a diferentes aumentos (50X, 100X, 200X, 500X y 1000X).

A partir de las micrográficas obtenidas, se ha cuantificado el tamaño de grano de las diferentes muestras, según el procedimiento indicado en las normas UNE-EN ISO 643^[111] y ASTM E112-13^[112].

4.4.4 Ensayo de compresión

El ensayo de compresión ofrece información de propiedades importantes del material, como su resistencia a la compresión, deformación experimentada, límite elástico y módulo de Young.

Este ensayo consiste en aplicar a la probeta una carga de compresión en la dirección de su eje longitudinal, que provoca la deformación por acortamiento de la pieza en este eje.

Así, la carga se va incrementando hasta la rotura del material, o bien hasta suspensión del ensayo por alcanzar una deformación preestablecida.

El equipo empleado para realizar este ensayo es el mismo que el utilizado para la medida de la compresibilidad de los polvos; es decir, una máquina universal de ensayos Instron 5505 con célula de carga de 100 kN (Figura 4.5). La norma de referencia seguida es la ASTM E9-09a *Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature* ^[135]. Esta máquina está controlada mediante un ordenador a través del *software* suministrado por el fabricante, que permite llevar a cabo la captura y análisis de los datos resultantes de cada experiencia.

Es importante mencionar que, todos los compactos fabricados en esta Tesis, presentan unas dimensiones que no cumplen las exigencias especificadas en la norma. La relación altura/diámetro de los compactos ha variado entre 0.4 y 0.55, mientras que la norma establece un intervalo de 0.8-2.0 para dicha relación. Sin embargo, al estar la masa de polvo empleada para la fabricación de estas piezas, condicionada por las dimensiones de la matriz y la resistencia eléctrica de la columna de polvo, ha sido imposible obtener compactos con las proporciones exigidas en la norma. Aun así, se llevó a cabo el ensayo de compresión, para tener una idea de la resistencia de los compactos obtenidos, y poder comparar su comportamiento según las condiciones empleadas en el proceso de consolidación.

Para realizar este ensayo es necesario el desbaste, pulido y lubricación de cada superficie de la probeta que están en contacto con los platos de compresión (Figura 4.29), con el fin de evitar efectos de abarrilamiento producidos por el rozamiento entre la probeta y los platos (Figura 4.30). Además, en este trabajo se ha optado por el uso de un trozo de cinta de teflón para evitar el rozamiento, a la vez que ayuda a sujetar los trozos de la pieza en los casos en que se llega a la rotura.

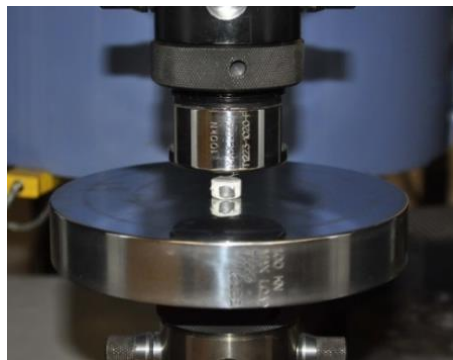


Figura 4.29. Imagen de una probeta, envuelta con cinta de teflón, colocada entre los platos para el ensayo de compresión.

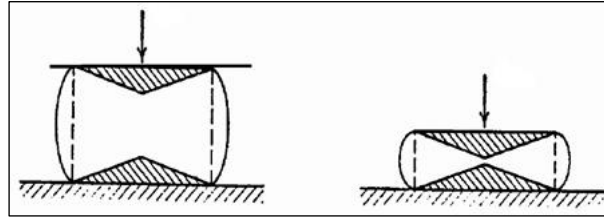


Figura 4.30. Abarillamiento de una probeta cilíndrica durante el ensayo de compresión.

Según indica la norma, la velocidad de deformación durante el ensayo debe ser:

$$\dot{\varepsilon} = 0.005 \text{ min}^{-1}$$

Entonces, la velocidad de desplazamiento de los platos de la máquina resulta:

$$\varepsilon = \frac{\Delta h}{h_0} \quad \rightarrow \quad \dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\Delta h}}{h_0} \quad \rightarrow \quad \dot{\Delta h} = h_0 \cdot \dot{\varepsilon}$$

$$\dot{\varepsilon} = 0.005(1/\text{min}) \quad \rightarrow \quad \dot{\Delta h} = 0.005 \cdot h_0$$

Para todos los ensayos de compresión llevados a cabo en este trabajo, se ha optado por fijar una deformación máxima del 50%, en lugar de incrementar la carga hasta la rotura de las probetas, ya que muchas de las piezas ensayadas alcanzaban una deformación excesiva sin llegar a romper. Es decir, durante el ensayo se ha ido incrementando la carga hasta alcanzar el 50% de deformación del compacto (% respecto de sus dimensiones iniciales), momento en que se dejaba de aplicar carga y finalizaba el ensayo.

De este modo, la duración del ensayo de compresión, para todos los compactos fabricados en este trabajo, ha variado entre 30-60 minutos aproximadamente. Teniendo en cuenta el tiempo requerido para ensayar cada compacto, y el gran número de piezas fabricadas, se ha decidido acotar este trabajo de la siguiente forma: se han ensayado a compresión solo las series alternas de cada tabla de piezas fabricadas, eligiéndose las series de muestras fabricadas con una intensidad de corriente de valor igual a un número entero (es decir, series fabricadas con intensidades de 5.0, 6.0, 7.0, ... kA). No obstante, en el caso de los dos hierros (Fe WPL200 y Fe NC100), se ha incluido la serie de compactos fabricados con 10.5 kA; ya que es la mayor intensidad aplicada para estos dos materiales, y, por tanto, se trata de una serie de muestras significativa.

4.4.5 Microdureza Vickers

Para evaluar la dureza de los compactos sinterizados se ha realizado el ensayo de microdureza Vickers. El fundamento de este ensayo es la aplicación de una carga mediante un indentador piramidal de diamante (ángulo de 136° entre caras opuestas), sobre la superficie del material preparado metalográficamente, según el método indicado en las normas ASTM E 384 ^[136] y UNE-EN 6507-1 ^[137].

El equipo utilizado es un microdurómetro Struers modelo Duramin-A300 (Figura 4.31). Este equipo está conectado a un ordenador que, a través del *software* facilitado por el fabricante, permite obtener directamente la medida de las diagonales y, a partir de esta, ofrece el valor de la dureza del material sin necesidad de realizar cálculos adicionales.



Figura 4.31. Microdurómetro Struers Duramin-A300, empleado para las medidas de microdureza Vickers.

Además, el *software* incorpora herramientas que permiten diseñar patrones para la medida de diferentes huellas, de forma que se pueden programar los ensayos para cada muestra. Una vez programado el patrón, el equipo ejecuta de forma automática las indentaciones en cada uno de las posiciones marcadas, y calcula el valor de la dureza en cada uno de ellos.

En la Figura 4.32a se muestra el esquema seguido para las indentaciones llevadas a cabo a los compactos fabricados con polvos de hierro y de aluminio, donde se han elegido puntos representativos de las diferentes zonas del compacto. Al ser todos los compactos de forma cilíndrica, la simetría presente permite conocer la dureza en las zonas significativas

de una pieza (interior, superficie de las bases y superficies laterales), con la medida de únicamente cinco puntos.

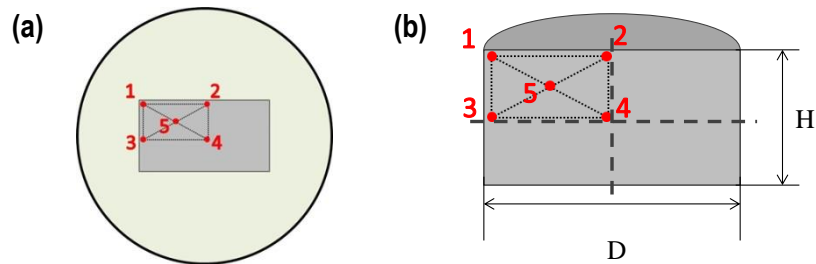


Figura 4.32. a) Esquema del patrón utilizado en el ensayo de microdureza Vickers de las muestras de hierro y aluminio, con las posiciones de las 5 huellas; b) detalle de las posiciones correspondientes en el compacto cilíndrico.

Es importante tener en cuenta las medidas del compacto en cada serie de muestras, es decir, altura (H) y diámetro (D) del compacto cilíndrico (Figura 4.32b), a la hora de definir las posiciones del patrón que se indican en la Tabla 4.7.

Tabla 4.7. Descripción de las posiciones del patrón de medida utilizado en el ensayo de microdureza Vickers en los compactos de aluminio y de los dos hierros estudiados.

Huella (nº)	Descripción de la posición	Posición (h, d)
1	Superficie de las bases y superficie lateral del cilindro	$h \approx 0; d \approx 0$
2	Superficie de las bases y eje central del cilindro	$h \approx 0; d \approx D/2$
3	“Rodaja” interior central, y superficie lateral del cilindro	$h \approx H/2; d \approx 0$
4	Punto interior en el centro del cilindro	$h \approx H/2; d \approx D/2$
5	Punto interior, zona intermedia entre los puntos anteriores	$h \approx H/4; d \approx D/4$

En el caso de los compactos fabricados con polvo de níquel, ha sido necesario modificar los puntos en los cuales se han realizado las indentaciones. Debido a la menor altura de dichos compactos, el ensayo de microdureza se ha llevado a cabo únicamente en las tres posiciones que se muestran en el esquema de la Figura 4.33.

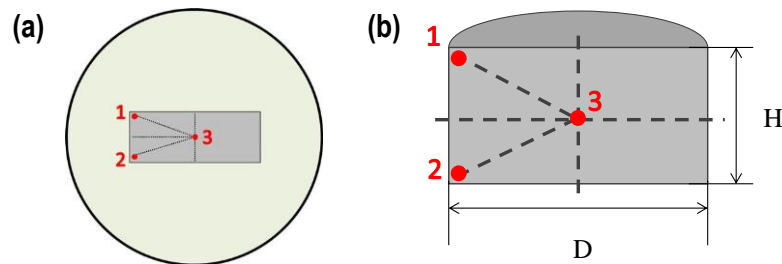


Figura 4.33. a) Esquema del patrón utilizado en el ensayo de microdureza Vickers de las muestras de níquel, con las posiciones de las 5 huellas; b) detalle de las posiciones correspondientes en el compacto cilíndrico.

Se ha optado por medir la dureza en el interior del compacto, y en bordes de las caras superior e inferior; eliminándose los puntos intermedios, ya que se encontraban demasiado cerca en los compactos más consolidados, donde la altura obtenida (H) era de aproximadamente 3 mm. Las posiciones de los tres puntos se describen en la Tabla 4.8.

Tabla 4.8. Descripción de las posiciones del patrón de medida utilizado en el ensayo de microdureza Vickers en los compactos de níquel.

Huella (n°)	Descripción de la posición	Posición (h, d)
1	Superficie de las bases y superficie lateral del cilindro	$h \approx 0; d \approx 0$
2	Superficie de las bases y superficie lateral del cilindro	$h \approx 0; d \approx D$
3	Punto interior en el centro del cilindro	$h \approx H/2; d \approx D/2$

A diferencia de otros ensayos de dureza donde se aplican cargas elevadas, los valores de microdureza obtenidos varían según la carga utilizada en el ensayo. Por tanto, será necesario especificar la carga aplicada en cada caso. En la Tabla 4.9 se recogen los valores de carga aplicados para cada uno de los materiales.

Tabla 4.9. Carga aplicada en el ensayo de microdureza Vickers de los compactos fabricados para cada uno de los materiales.

Material	Carga [microdureza Vickers]
Hierro	0.3 kg [HV 0.3] y 1 kg [HV 1]
Aluminio	0.5 kg [HV 0.5]
Níquel	0.5 kg [HV 0.5]

El ensayo de microdureza Vickers se ha realizado a las muestras preparadas metalográficamente (después de haber sido observadas macro y microscópicamente). Sin embar-

go, no se ha medido a todas las muestras, sino a las mismas series de compactos que fueron ensayados a compresión.

La dureza de los compactos depende, principalmente, de la dureza del polvo de partida y de la densidad alcanzada por la pieza fabricada a partir de este material. Además, se ha podido comprobar que la dureza no es uniforme en toda la sección de una pieza, sino que varía en función de la posición. Esto es debido a que los compactos fabricados por SRE-MF no siempre poseen una microestructura homogénea, al igual que ocurre con otras técnicas de sinterización eléctrica.

En general, se ha podido comprobar que el interior de los compactos presenta una dureza algo mayor a la del resto de la sección. Esto se debe al importante efecto que tiene la densificación y unión de las partículas en la dureza final del compacto, ya que la temperatura alcanzada es siempre mayor en la zona central de la pieza, lo cual conlleva una mayor densificación. Aunque los posibles cambios microestructurales por elevada temperatura podrían también modificar la dureza de la muestra, el efecto de la densificación parece más importante, fundamentalmente debido al corto periodo de tiempo de un proceso de SRE-MF (orden del ms).

Por todo ello, se ha estudiado la distribución de dureza en la sección de las piezas ensayadas, así como el valor de microdureza en el interior de los compactos (Figura 4.32: punto 4; Figura 4.33: punto 3).

Por último, se ha calculado la microdureza media: valor promedio de las cinco medidas obtenidas en el ensayo realizado a cada muestra. Este dato representa un valor aproximado de la dureza global del compacto, teniendo en cuenta tanto los bordes como el interior de la pieza.

Capítulo 5

MATERIALES

5.1 Polvos elegidos

Para la realización de las experiencias de SRE-MF de esta investigación, se han elegido 4 tipos diferentes de polvos metálicos elementales, cuyas características principales se describirán en el presente capítulo. Son los siguientes polvos:

- Hierro WPL 200
- Hierro NC 100
- Aluminio AS 61
- Níquel Tipo 255

Se han elegido polvos con una morfología variada, en contra de la preferencia habitual de polvos con partículas esféricas, que facilitan las tareas de modelado. Con el fin de evaluar la influencia de la granulometría y morfometría de los polvos en el proceso de sinterización, se han escogido dos materiales con similar composición y morfología (los dos polvos de hierro, Fe WPL200 y Fe NC100), pero con una granulometría diferente.

Además, se ha renunciado deliberadamente a la utilización de materiales de una pureza radical. Todo ello con el fin de aproximar, en lo posible, las condiciones estudiadas a las condiciones reales. A pesar del gran interés que presenta la extensión de este estudio a sistemas formados por mezclas de polvos o polvos aleados, se ha estimado conveniente restringir el trabajo a polvos elementales, para evitar una mayor complicación a la hora de interpretar los resultados en esta etapa preliminar.

Es importante destacar que, los materiales elegidos, son materiales ya empleados en trabajos previos llevados a cabo por el grupo de investigación donde se desarrolla esta Tesis.

5.2 Descripción general de los polvos

5.2.1 Hierro WPL 200

Se trata de un polvo fabricado por la compañía alemana QMP Metal Powders GmbH, mediante atomizado acuoso, cuya referencia es WPL200. Presenta una riqueza en hierro del 99.4% en masa, y sus principales impurezas son las que se detallan en la Tabla 5.1.

Tabla 5.1. Principales impurezas presentes en el polvo Fe WPL200.

Impureza	% en masa
Manganeso (Mn)	0.2
Oxígeno (O)	0.15
Carbono (C)	0.01
Azufre (S)	0.009

Las densidades características y la fluidez de este material, obtenidas según el procedimiento experimental detallado en el apartado 4.1 del capítulo anterior, se presentan en la Tabla 5.2.

Tabla 5.2. Densidades características y fluidez del polvo Fe WPL200.

Densidad absoluta	7.87 g/cm ³
Densidad aparente	2.72 g/cm ³
Densidad de golpeo	2.91 g/cm ³
Porosidad de golpeo	0.63
Fluidez (50 g; Ø = 2.5 mm)	26.00 s

5.2.2 Hierro NC 100

Se trata de un polvo fabricado por la compañía Shanghai CNPC Powder Material Co. Ltd., de referencia NC100.24. Presenta una pureza del 98.5% en hierro, y la composición de impurezas que se muestra en la Tabla 5.3.

Tabla 5.3. Principales impurezas presentes en el polvo Fe NC100.

Impureza	% en masa
Manganeso (Mn)	0.1
Silicio (Si)	0.1
Azufre (S)	0.015
Carbono (C)	0.01
Fósforo (P)	0.01

La Tabla 5.4 recoge los valores de densidades características y la fluidez de este material. Se puede ver que los valores obtenidos para las densidades de este polvo de hierro son similares a los que presentaba el Fe WPL200 (Tabla 5.2).

Tabla 5.4. Densidades características y fluidez del polvo Fe NC100.

Densidad absoluta	7.87 g/cm ³
Densidad aparente	2.40 g/cm ³
Densidad de golpeo	2.75 g/cm ³
Porosidad de golpeo	0.65
Fluidez (50 g; Ø = 2.5 mm)	29.63 s

5.2.3 Aluminio AS 61

Se trata del polvo fabricado por la compañía Eckart-Werke de referencia AS61. El método de obtención de este material fue la atomización de aluminio fundido usando aire comprimido. Posee los certificados ISO 9001 e ISO 14001, asegurando el fabricante una pureza del 99.7%, y siendo el hierro su impureza presente en mayor proporción (Tabla 5.5).

Tabla 5.5. Principales impurezas presentes en el polvo Al AS61.

Impureza	% en masa
Hierro (Fe)	0.35
Silicio (Si)	0.25
Zinc (Zn)	0.05
Cobre (Cu)	0.02
Titanio (Ti)	0.02
Otros	0.50

En este caso, hay que destacar que, debido a la alta capacidad de oxidación que presenta el polvo de aluminio, este no pudo ser utilizado para el proceso de sinterización eléctrica tal y como es suministrado por el fabricante (Al AS61 ER). Según se explica en el apartado 4.2 del Capítulo 4, ha sido necesario aplicar un procesado previo de molienda a dicho polvo, con el fin de eliminar la capa de óxido formada en la superficie de las partículas de polvo de Al, la cual no permite el paso de corriente eléctrica necesaria durante el proceso de consolidación eléctrica.

El proceso de molienda ha sido llevado a cabo en vacío y sin añadir ninguna cantidad de cera (0% ACP) para no modificar la composición de este material, y durante un tiempo mínimo para no alterar significativamente su microestructura y evitar problemas de soldadura del polvo (únicamente 3-5 minutos).

Con el objetivo de que el polvo usado para las experiencias SRE-MF fuese idéntico en todos los casos, se ha procedido de la siguiente forma: en primer lugar se han realizado

las moliendas necesarias, hasta conseguir la cantidad total de polvo suficiente para el conjunto de experiencias de SRE-MF planificado; después, se ha mezclado el polvo obtenido en dichas moliendas. Esta mezcla de polvo molido ha sido el que se ha caracterizado en este capítulo, denominado Al AS61 AM; y, posteriormente, ha sido el polvo empleado para todas las experiencias de SRE-MF. En este caso, la cantidad de polvo necesaria para fabricar todos los compactos previstos era de 420 g; y, para obtener dicha masa, han sido necesarias un total de 10 moliendas.

El rendimiento de estas moliendas ha variado entre el 60 y el 90% (Figura 5.1a), ya que, a pesar de ser moliendas muy cortas (5 min), en muchos casos el polvo se soldaba debido al hecho de no añadir ninguna cantidad de cera. De forma que, de los 72 g de carga inicial de polvo de aluminio, se llegó a obtener tan solo 45 g en algunos casos; incluso hubo que desechar el polvo obtenido en la primera molienda (rendimiento del 10%) ya que este reaccionó al abrir la tapa del molino, ardiendo rápidamente y quedando inservible. En la figura se muestran imágenes del polvo de aluminio soldado en la vasija y las bolas tras una molienda (Figura 5.1b) y al eje rotor de la tapadera (Figura 5.1c).

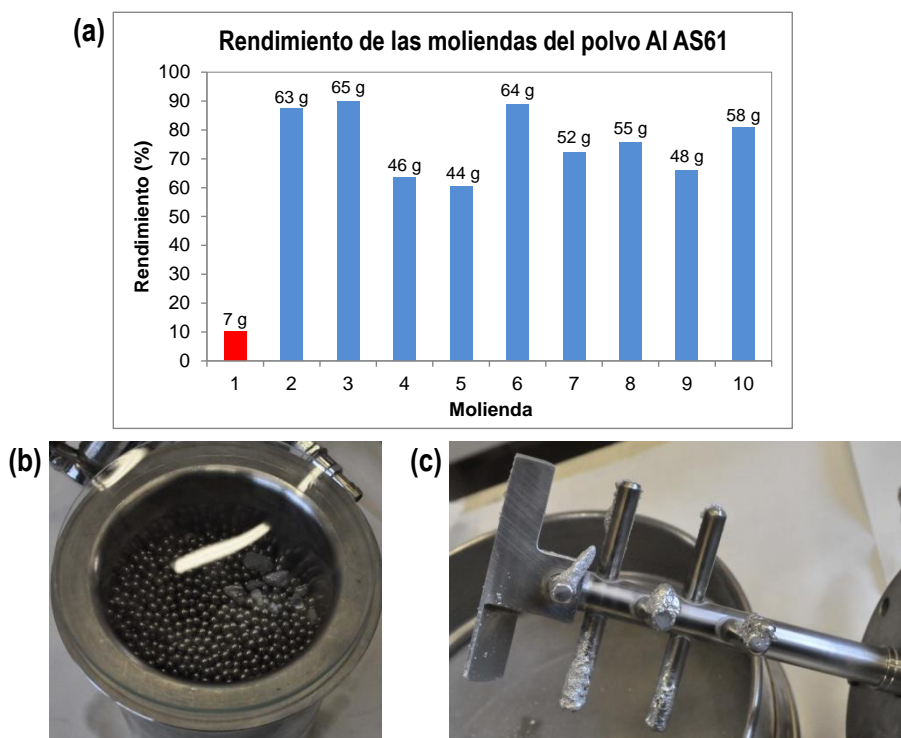


Figura 5.1. a) Rendimiento de las moliendas del polvo de aluminio. Imagen del polvo soldado tras el proceso de molienda: b) en el interior de la vasija con las bolas, y c) en el eje rotor de la tapadera.

Aunque el polvo previamente molido ha sido el empleado para todas las experiencias SRE-MF, en este capítulo se presentan los resultados de la caracterización de los polvos de aluminio sin moler, Al AS61 ER, y molido, Al AS61 AM.

Las densidades características de ambos polvos, así como los valores de fluidez obtenidos mediante el ensayo con el fluidímetro de Hall, se muestran en la Tabla 5.6. Se puede ver que los valores obtenidos son prácticamente iguales para el polvo antes y después de la molienda, salvo para el caso de la fluidez, en la que se encuentra una diferencia de unos 4 s.

Tabla 5.6. Densidades características y fluidez del Al AS61: en estado de recepción (ER), y molido 5 minutos en vacío (AM).

	Al AS61 ER	Al AS61 AM
Densidad absoluta	2.7 g/cm ³	2.7 g/cm ³
Densidad aparente	0.97 g/cm ³	1.0 g/cm ³
Densidad de golpeo	1.4 g/cm ³	1.4 g/cm ³
Porosidad de golpeo	0.44	0.44
Fluidez (50 g; Ø = 2.5 mm)	116.07 s	112.00 s

5.2.4 Níquel Tipo 255

Se trata del polvo fabricado por la compañía Inco Europe Ltd. de referencia T255, con una riqueza en Níquel del 99.5%, y cuyas impurezas vienen detalladas en la Tabla 5.7.

Tabla 5.7. Principales impurezas presentes en el polvo Ni T255.

Impureza	% en masa
Carbono (C)	0.3
Oxígeno (O)	0.15
Hierro (Fe)	0.01
Azufre (S)	0.001

Las densidades características y la fluidez de este material se presentan en la Tabla 5.8. Se observa que, a pesar de presentar una densidad absoluta mucho mayor que la del polvo de aluminio (8.91 g/cm³ frente a 2.7 g/cm³), la densidad de golpeo resulta similar para ambos materiales, siendo la del níquel 1.25 g/cm³ y 1.4 g/cm³ la del aluminio. Ambos valores son inferiores a la densidad de golpeo de los polvos de hierro, 2.91 g/cm³ y 2.75 g/cm³ para los polvos Fe WPL200 y Fe NC100 respectivamente (Tabla 5.2 y Tabla 5.4). En cuanto a la medida de la fluidez del níquel, el resultado del ensayo ha sido nulo,

debido a la morfología irregular de las partículas, de tipo filamentosa, tal y como se puede ver en el apartado 5.4 de este mismo capítulo.

Tabla 5.8. Densidades características y fluidez del polvo Ni T255.

Densidad absoluta	8.91 g/cm ³
Densidad aparente	0.6 g/cm ³
Densidad de golpeo	1.25 g/cm ³
Porosidad de golpeo	0.86
Fluidez (50 g; Ø = 2.5 mm)	No fluye

La densidad de golpeo es una de las características importantes a considerar, ya que determina la masa de polvo necesaria para la fabricación de un compacto por consolidación eléctrica, al depender de ella la altura de la columna de polvo una vez dentro de la matriz, tal y como se explica en el procedimiento experimental para llevar a cabo una experiencia de SRE-MF (Capítulo 4, apartado 4.3). Teniendo esto en cuenta, y a partir de la medida de la columna de polvo para diferentes masas, se pudo determinar la cantidad de polvo necesaria para cada uno de los materiales utilizados en las experiencias de SRE-MF realizadas para el desarrollo de esta Tesis, detalladas en la Tabla 4.3 del Capítulo 4.

5.3 Granulometrías

El análisis granulométrico se ha realizado a todos los polvos, para lo cual se ha empleado el equipo Mastersizer 2000. Asimismo, la distribución granulométrica obtenida permite calcular el tamaño medio de partícula de cada material.

En la Figura 5.2 se han representado las curvas granulométricas obtenidas para los polvos de hierro Fe WPL200 y Fe NC100, el polvo de aluminio Al AS61 (ER y AM) y el polvo de níquel Ni T255. Además, a partir de la distribución granulométrica se ha calculado, para cada uno de los polvos, el tamaño y radio medio de partícula. Los valores obtenidos se recogen en la Tabla 5.9.

Por un lado, se observa que las curvas granulométricas de los dos polvos de hierro (Fe WPL200 y Fe NC100) tienen formas prácticamente iguales. El ancho de ambas curvas es similar, y se puede comprobar que existe simetría para los dos casos. Sin embargo, existe un desplazamiento hacia derecha de la curva del Fe NC100 respecto a la curva del Fe WPL200, lo cual se corresponde con un tamaño medio de partícula superior. Estos resulta-

dos se comprueban con los valores de la Tabla 5.9. Se puede ver que el tamaño medio de partícula es de 130 μm para el Fe NC100, frente a las 88.18 μm del Fe WPL200.

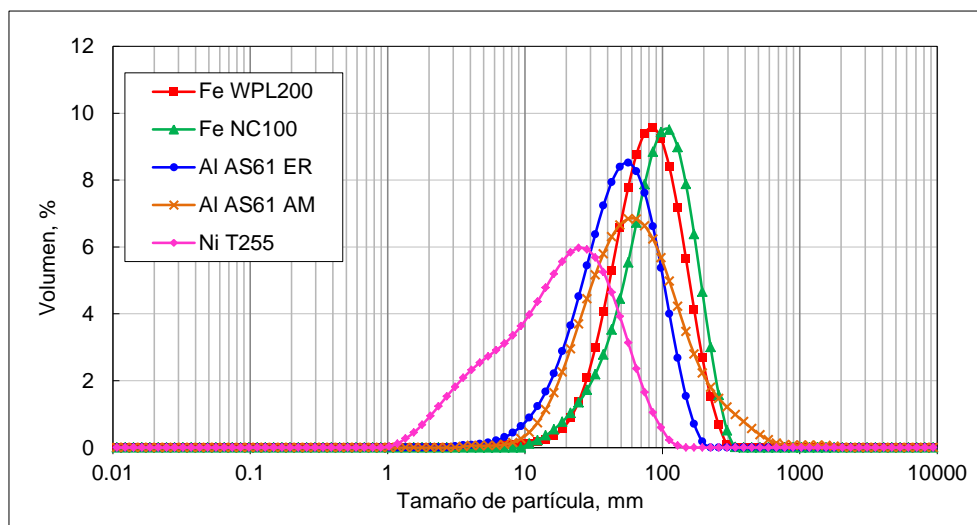


Figura 5.2. Distribuciones granulométricas de los polvos de hierro Fe WPL200 y Fe NC100, aluminio Al AS61 (ER y AM) y níquel Ni T255.

En la Figura 5.2 también se han representado las curvas del polvo de aluminio AS61 en estado de recepción, ER, y molido 5 minutos en vacío, AM (Figura 5.2). Se puede ver que, después de tan solo 5 minutos de molienda, el polvo cambia notablemente su distribución granulométrica, siendo la curva más ancha y desplazada hacia la derecha. Esto es debido a que, al estar en las primeras fases de la molienda, y al tratarse de un material blando, predominan los procesos de deformación y soldadura sobre los de fractura, adquiriendo el polvo un tamaño de partícula mayor. En la Tabla 5.9 se puede ver que el tamaño medio de partícula del polvo de aluminio molido es de 91.15 μm , mientras que el del polvo sin moler es 55.34 μm .

Tabla 5.9. Tamaño y radio medio de partícula calculado a partir de las distribuciones granulométricas de cada uno de los polvos.

MATERIAL	Fe WPL200	Fe NC100	Al AS61 ER	Al AS61 AM	Ni T255
Tamaño medio de partícula (μm)	88.18	130.0	55.34	91.15	22.91*
Radio medio, r_0 (μm)	44.09	65.0	27.67	45.58	11.46*

(*) El valor obtenido a partir de técnicas de granulometría láser representa el tamaño medio de los aglomerados de las partículas en forma de cadenas característicos del polvo de níquel T255.

Por último, se ha analizado la distribución granulométrica del polvo de níquel T255. La curva obtenida (Figura 5.2) es la que está más desplazada a la izquierda de todas las curvas incluidas en la gráfica, lo cual indica un tamaño medio de partícula menor. Sin embargo, en este caso, la granulometría láser no está dando el valor medio de partículas, sino de aglomerados de partículas en forma de cadena. La menor simetría de su distribución granulométrica indica una posible aglomeración de partículas, lo cual quedará posteriormente constatado a partir de las imágenes SEM de dicho polvo (apartado 5.4.2, Figura 5.9). Así, el tamaño de partícula medido sobre dichas imágenes ha resultado de $2.13\ \mu\text{m}$, notablemente inferior al valor obtenido mediante granulometría láser ($22.0\ \mu\text{m}$, Tabla 5.9).

5.4 Morfología y microestructura

5.4.1 Microscopía óptica

En cuanto a la microestructura de los materiales de partida, un primer estudio se ha llevado a cabo a partir de las imágenes obtenidas por microscopía óptica, con el principal objetivo de conocer el tamaño de grano de los polvos. A continuación se muestran las micrografías de las muestras de polvo, preparadas metalográficamente según el procedimiento experimental descrito en el apartado 4.1.8 del Capítulo 4, correspondientes a los dos tipos de hierro (Figura 5.3), el aluminio (Figura 5.4) y el níquel (Figura 5.5).

En el caso del polvo de Fe WPL200 (Figura 5.3a y b) el tamaño medio de grano, calculado según el procedimiento experimental descrito en el apartado 4.1.8.C (Capítulo 4), ha resultado ser de $28.1\ \mu\text{m}$; superior al obtenido para el polvo de hierro NC100 (Figura 5.3c y d), con $15.0\ \mu\text{m}$. Además, se ha comprobado que las partículas del polvo de Fe NC100 parecen estar formadas por una aglomeración de partículas más pequeñas, lo cual se ha confirmado con el posterior estudio de las imágenes SEM de estos polvos (apartado 5.4.2).

Por otro lado, se han obtenido las imágenes de microscopía óptica para el polvo de aluminio (Figura 5.4). A partir de dichas imágenes, se ha calculado el tamaño de grano del polvo de Al AS61, cuyo valor medio es de $5.7\ \mu\text{m}$.

Y, por último, se han analizado las micrografías del polvo de níquel (Figura 5.5). En este caso, se ha comprobado el menor tamaño medio de partícula de este polvo. De hecho, incluso en las imágenes obtenidas al mayor aumento posible, no se aprecian límites de grano que permitan calcular dicho valor medio. Por consiguiente, se ha considerado un

tamaño medio de grano del polvo de Ni T255 aproximadamente igual a su tamaño medio de partícula, de 2.13 μm (Tabla 5.9).

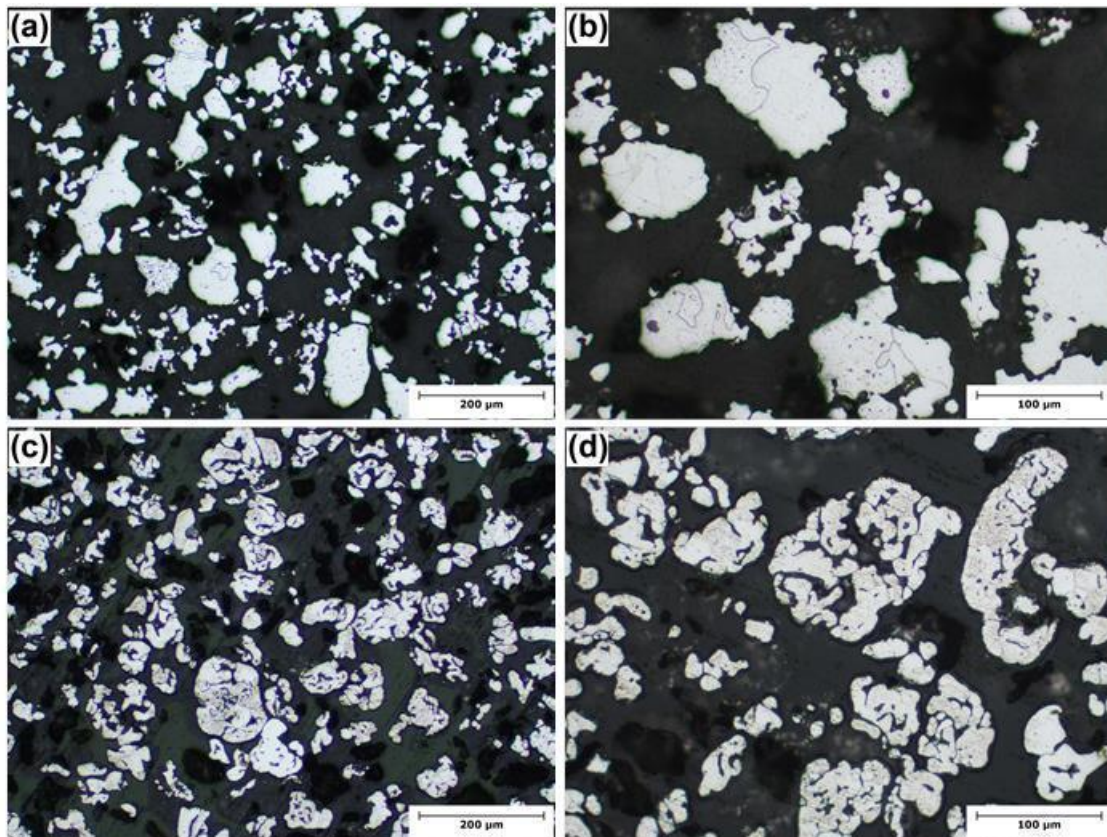


Figura 5.3. Micrografías, a diferentes aumentos, de los polvos a) y b) Fe WPL200, c) y d) Fe NC100.

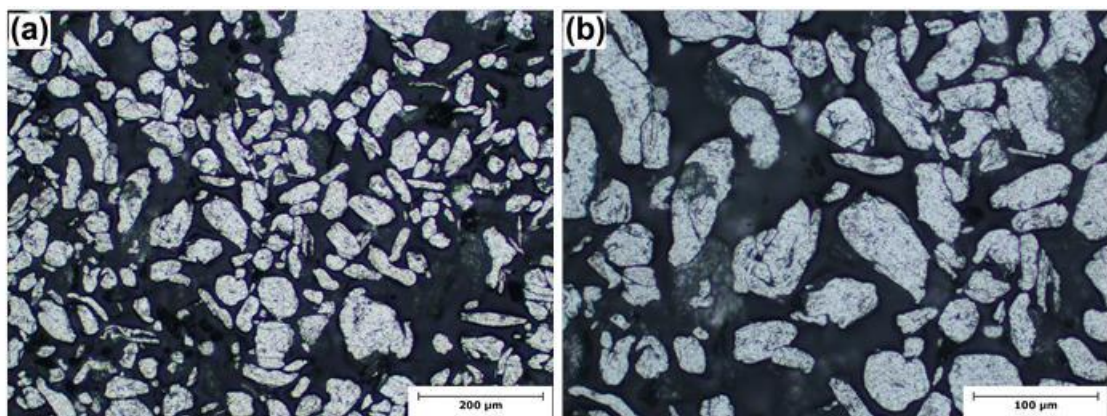


Figura 5.4. Imágenes de la muestra de polvo de aluminio molido (Al AS61 AM), tomadas a diferentes aumentos.

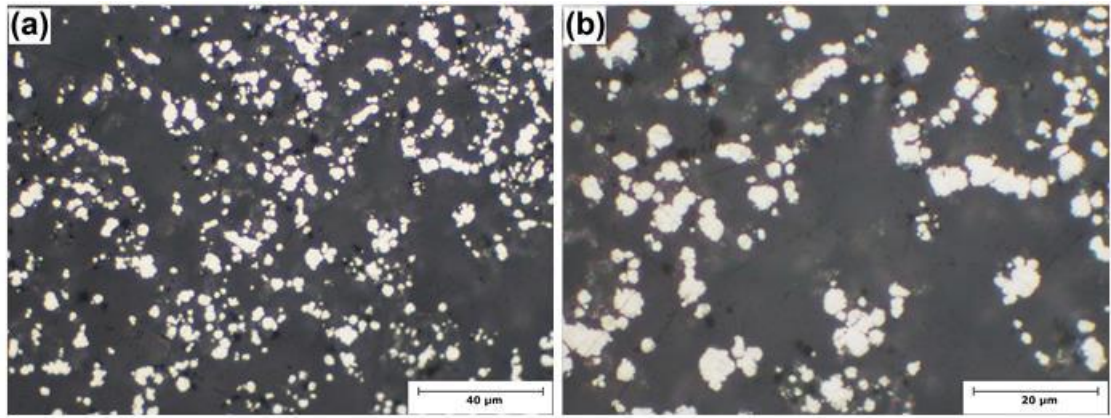


Figura 5.5. Imágenes de microscopía óptica, a diferentes aumentos, correspondientes al polvo de Ni T255.

5.4.2 Microscopía electrónica de barrido

Las imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido (SEM-SE) permiten conocer la morfología de los polvos.

Mientras que el tamaño medio de partícula del polvo Fe NC100 difiere respecto al otro polvo de hierro empleado en este trabajo (Fe WPL200), no ocurre lo mismo en cuanto a su morfología (Figura 5.6 y Figura 5.7). Así, en las imágenes SEM se puede ver que las partículas de ambos polvos presentan una forma, aunque irregular, tendente a esferoidal. Además, se ha observado que las partículas del polvo parecen estar formadas por una aglomeración de partículas más pequeñas. Este fenómeno, el cual se apreciaba en el anterior estudio de microscopía óptica para el polvo de Fe NC100 (Figura 5.3c y d), se observa en las micrografías SEM, a mayor aumento, para los dos polvos de hierro (Figura 5.6b y Figura 5.7b).

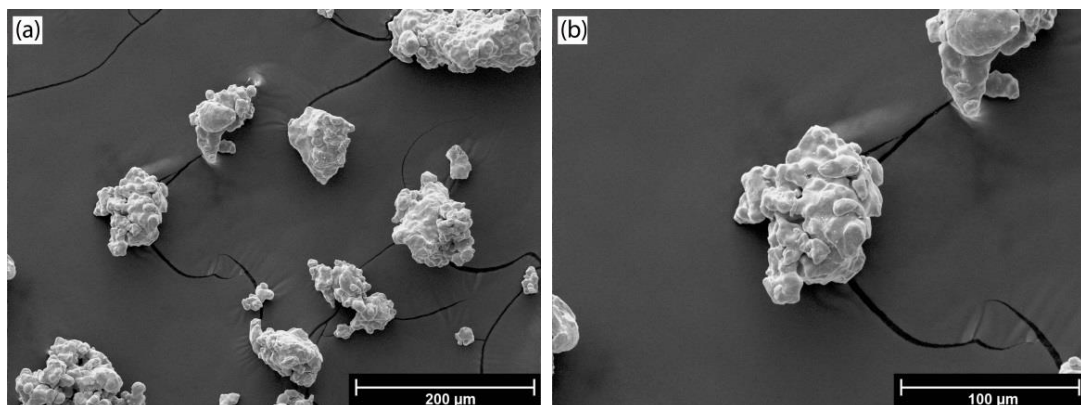


Figura 5.6. Micrografías SEM del polvo Fe WPL200 a diferentes aumentos.

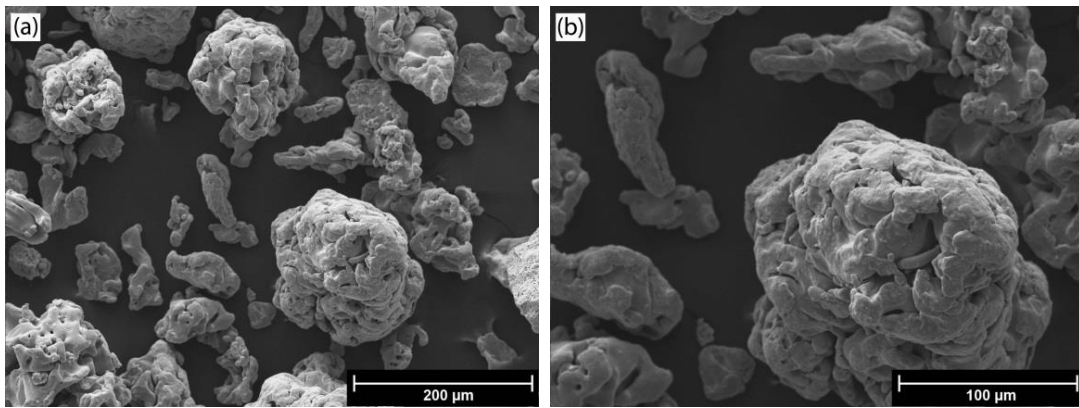


Figura 5.7. Imágenes de microscopía SEM, a diferentes aumentos, del polvo Fe NC100.

Por otro lado, se han obtenido las imágenes SEM de los polvos de aluminio AS61 en estado de recepción y molido 5 minutos en vacío (Figura 5.8). Se observa que, durante esta corta molienda, las partículas de polvo se unen debido al predominio de los procesos de soldadura que tienen lugar, adquiriendo algunas partículas formas planas y aumentando su tamaño. Esto confirma los resultados del análisis granulométrico de ambos polvos (Figura 5.2), donde se tenía una distribución más ancha y desplazada a la derecha para el polvo Al AS61 AM respecto al polvo Al AS61 ER, así como las diferencias de fluidez observadas.

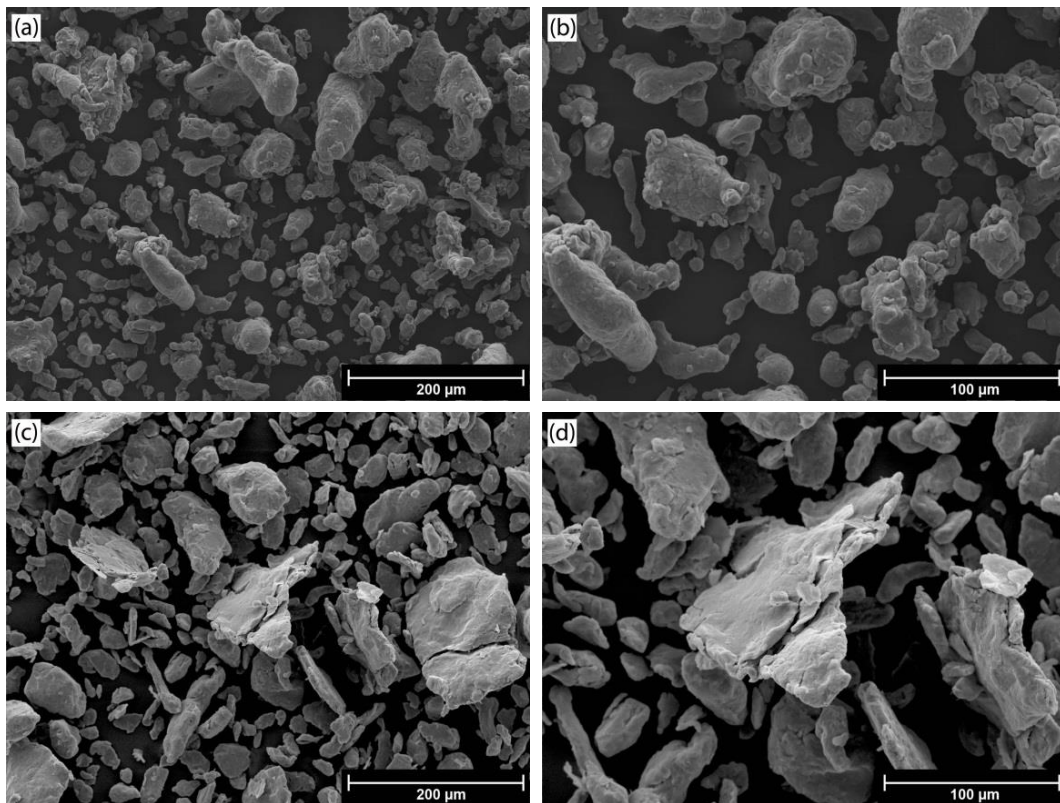


Figura 5.8. Micrografías SEM del polvo Al AS61: a) y b) en estado de recepción (ER); c) y d) molido 5 minutos (AM).

En cuanto a la morfología del polvo de níquel Ni T255 (Figura 5.9), se puede observar que se trata de un polvo filamentoso. Este tipo de morfología hace que las partículas de polvo se agrupen, formando aglomerados esponjosos de tamaños superiores a 500 μm . Esto explicaría la forma obtenida en su distribución granulométrica (Figura 5.2), donde se tenía una curva no simétrica y más ancha, debido a las aglomeraciones de polvo que falsean los datos medidos durante el análisis granulométrico. También permite explicar su baja densidad de golpeo.

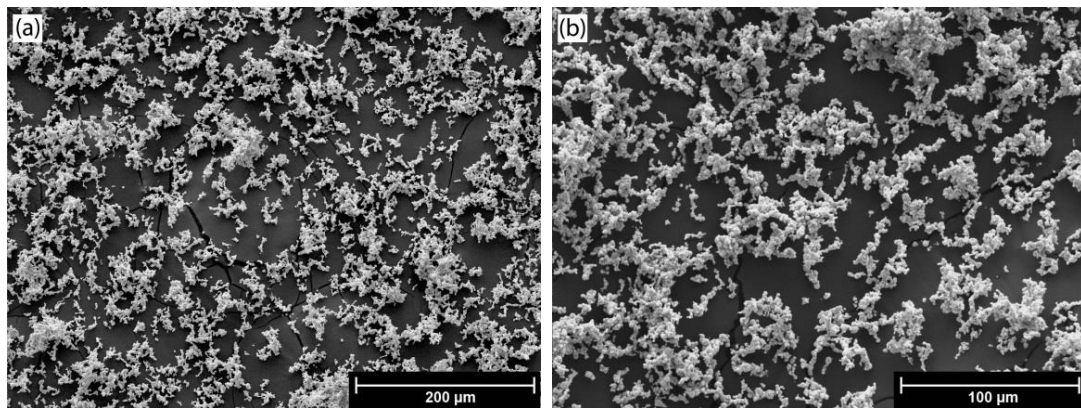


Figura 5.9. Imágenes de microscopía SEM, a diferentes aumentos, del polvo Ni T255.

5.5 Difracción de rayos X

Los diferentes polvos empleados fueron analizados por DRX, y los difractogramas obtenidos se han representado en la Figura 5.10. En general se observa que, tal y como cabe esperar al tratarse de polvos puros de hierro, aluminio y níquel, solo aparecen reflexiones correspondientes a los elementos que constituyen dichos materiales, es decir, de Fe, Al y Ni.

En el caso del aluminio (Figura 5.10b), se puede ver que los difractogramas, tanto del polvo Al AS61 ER como del Al AS61 AM, presentan los mismos picos. Incluso tras el procesado previo de molienda aplicado al dicho polvo, la única fase identificada es la del Al. Esto permite comprobar, por tanto, que las condiciones de molienda (el corto tiempo de duración de dicha molienda, la atmosfera de vacío empleada y el hecho de no haber añadido ninguna cantidad de cera como ACP), han permitido obtener un polvo de aluminio puro equivalente, en cuanto a composición, al polvo Al AS61 ER.

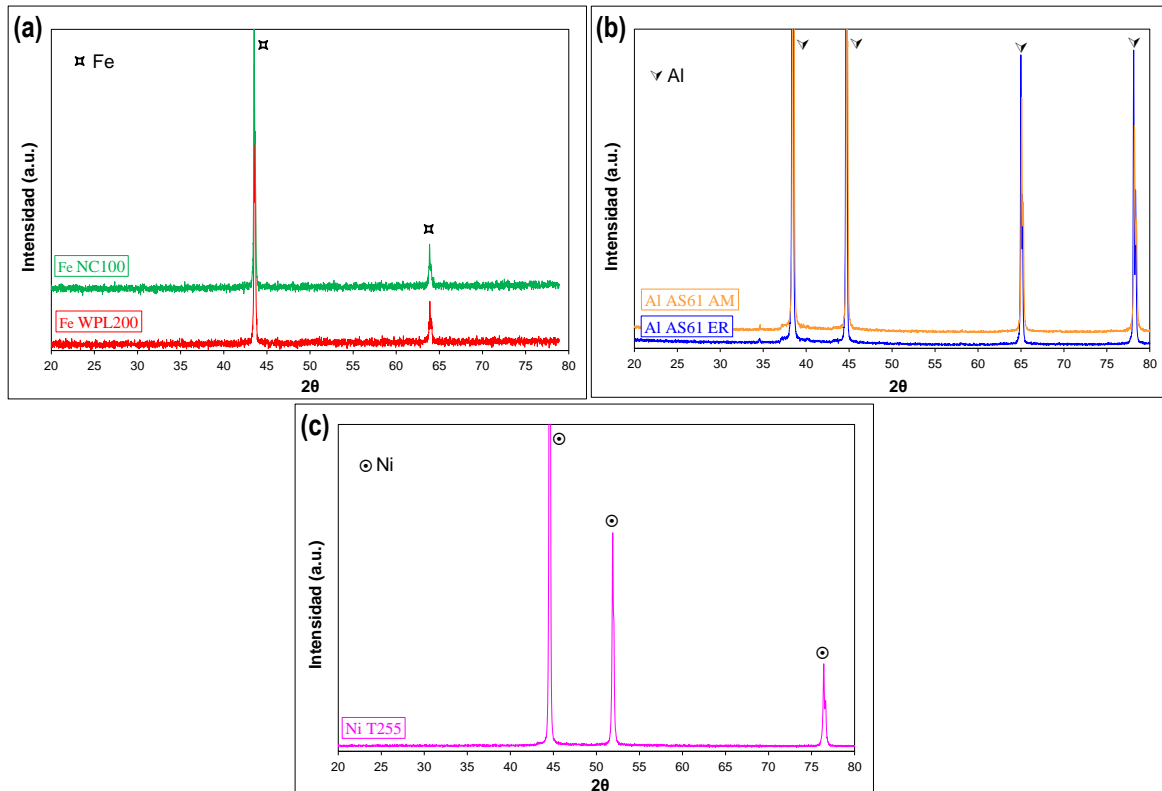


Figura 5.10. Difracción de rayos X de los polvos de a) hierro Fe WPL200 y Fe NC100, b) aluminio Al AS61 (ER y AM), y c) níquel Ni T255.

5.6 Curvas de compresibilidad

Las curvas de compresibilidad obtenidas para los diferentes polvos se han representado en la Figura 5.11. Asimismo, los resultados del ajuste Secondi de las curvas de compresibilidad obtenidas para cada uno de los polvos se han incluido en la Tabla 5.10. Tal y como se ha descrito en el apartado 4.1.5, estos valores (Θ_∞ , Θ_M , a y b) son necesarios para la Ecuación M10 del modelo teórico (Capítulo 2, apartado 2.2.4).

Por un lado están las curvas de compresibilidad de los polvos de hierro: Fe WPL200 y Fe NC100. En la Figura 5.11 se puede ver que las curvas prácticamente no varían entre estos dos polvos, ambos con una excelente compresibilidad. Así, partiendo de una densidad relativa en torno al 40% al inicio del ensayo para los dos polvos de hierro, a llegar a los 1300 MPa, la densidad relativa alcanzada es también similar para el Fe WPL200 (90.1%), y el Fe NC100 (91.2%).

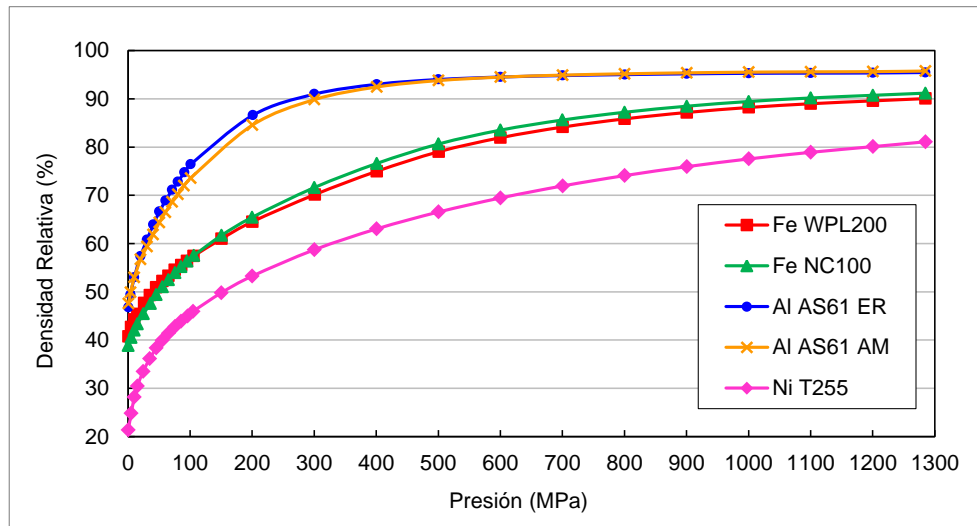


Figura 5.11. Curvas de compresibilidad de los polvos de hierro Fe WPL200 y Fe NC100, aluminio Al AS61 (ER y AM) y níquel Ni T255.

En el caso del polvo de aluminio, a diferencia de lo que ocurría en las granulometrías (Figura 5.2), donde se podía observar una variación entre las curvas de los polvos sin moler y molidos 5 minutos, esto no ocurre en sus curvas de compresibilidad. Las curvas obtenidas para ambos polvos presentan una pendiente bastante elevada al comienzo del ensayo; aumentando la densidad relativa desde aproximadamente el 47% al inicio del ensayo, hasta el 90% con tan solo 300 MPa. Asimismo, en la Figura 5.11 se puede ver que, tanto para el polvo Al AS61 ER como para el Al AS61 AM, la densidad máxima alcanzada es igual para ambos (95.5 y 95.8%, respectivamente); siendo, además, la máxima densidad relativa obtenida para los diferentes polvos estudiados.

Tabla 5.10. Ajuste Secondi de las curvas de compresibilidad de los polvos de hierro Fe WPL200 y Fe NC100, aluminio Al AS61 (ER y AM) y níquel Ni T255.

MATERIALES	Fe WPL200	Fe NC100	Al AS61 ER	Al AS61 AM	Ni T255
Θ_{∞}	0.058	0.056	0.047	0.044	0.00
Θ_M	0.583	0.610	0.436	0.420	0.806
a	388.4821	355.1341	105.6121	131.1590	631.7726
b	0.8173	0.8070	0.8337	0.8789	0.5199

También se ha representado la curva del polvo de níquel T255. Se puede ver que la densificación de este polvo es menor que la del resto de materiales empleados. Su densidad inicial (densidad de golpeo), es inferior a la de los otros polvos (1.25 g/cm³ para el Ni T255, frente a valores de 1.4 g/cm³ para el aluminio, y de casi el 3 g/cm³ para el hierro); y,

por tanto, la densidad relativa al comienzo del ensayo de tan solo el 21.4%. Asimismo, la densidad máxima alcanzada, para 1300 MPa, es del 81.1%, inferior a la obtenida para el resto de materiales. Esto es debido, principalmente, a que se trata de un material más duro.

5.7 Curvas de resistividad-porosidad

Se han obtenido las curvas de resistividad-porosidad para los diferentes polvos de partida empleados para la SRE-MF. El ensayo se ha llevado a cabo según el procedimiento descrito en el apartado 4.1.7 (Capítulo 4), que permite medir la curva experimental de la resistividad conforme se aplica una fuerza de compresión sobre la columna de polvo.

En la Figura 5.12 se han representado las curvas de resistividad frente a la porosidad obtenidas para cada uno de los polvos, incluyendo las curvas resultado del ajuste teórico de los datos experimentales en cada caso. En la Tabla 5.11 se recogen los resultados del ajuste Secondi correspondiente a dichas curvas.

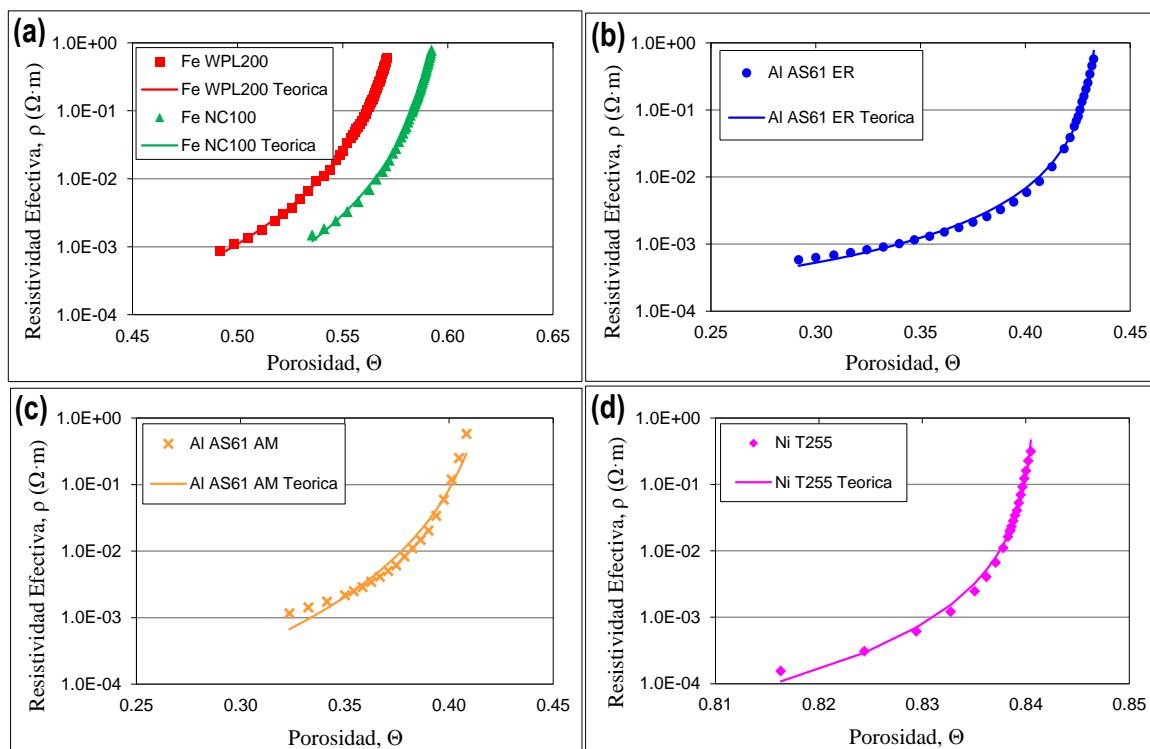


Figura 5.12. Curvas de resistividad-porosidad (experimental y teórica) de los polvos de: a) hierro Fe WPL200 y Fe NC100; b) y c) aluminio Al AS61 (ER y AM); y d) níquel Ni T255.

En el caso del aluminio, la curva de resistividad-porosidad para el polvo Al AS61 ER mostrada en la Figura 5.12b fue obtenida para trabajos previos, antes de la oxidación superficial de las partículas de polvo por el paso del tiempo. Esta misma curva se intentó

medir cuando comenzaron los problemas de sinterización eléctrica de este polvo para comprobar si, efectivamente, el problema de que no llegase a consolidar se debía a una mayor resistividad del polvo de partida. Tal y como era de esperar, no se pudieron medir datos de resistividad durante el ensayo, debido a la capa superficial de óxido de las partículas, que no permite el paso de corriente eléctrica. Así pues, tras el corto proceso de molienda del polvo de aluminio, se midió la curva de resistividad-porosidad del Al AS61 AM (Figura 5.12c).

Tabla 5.11. Resultados del ajuste Secondi de las curvas de resistividad-porosidad de los polvos de hierro Fe WPL200 y Fe NC100, aluminio Al AS61 (ER y AM) y níquel Ni T255.

MATERIALES	Fe WPL200	Fe NC100	Al AS61 ER	Al AS61 AM	Ni T255
$\rho_m (\Omega \cdot m)$	$1.18 \cdot 10^{-7}$	$1.18 \cdot 10^{-7}$	$2.92 \cdot 10^{-8}$	$2.92 \cdot 10^{-8}$	$8.20 \cdot 10^{-8}$
$\alpha_M = \frac{\rho_x \delta}{\rho_m r}$	$1.92 \cdot 10^6$	$1.92 \cdot 10^6$	$4.00 \cdot 10^{15}$	$4.00 \cdot 10^{15}$	$4.67 \cdot 10^7$
m_d	18.3887	20.5267	29.2371	32.3283	23.924
n_d	0.4330	0.4609	0.05533	0.1202	0.1707

Por último, con el fin de poder comparar el comportamiento de los diferentes polvos, se ha representado, Figura 5.13, la resistividad respecto a la porosidad relativa ($\Theta_R = \Theta/\Theta_M$) de todos ellos. Se observa que las curvas resistividad-porosidad relativa obtenidas para los dos polvos de hierro son similares. Ambos presentan una resistividad entre $6 \cdot 10^{-1}$ y $8 \cdot 10^{-1} \Omega \cdot m$ al inicio del ensayo, para un valor de la porosidad relativa del 98%; y, a medida que disminuye la porosidad por aplicación de la carga de compresión, la resistividad disminuye rápidamente hasta valores en torno a $1 \cdot 10^{-3} \Omega \cdot m$ para una porosidad relativa final entre el 85 y 90%.

Por otro lado, las curvas de los polvos de aluminio permiten comprobar que, debido al breve proceso de molienda, tanto la porosidad relativa inicial del polvo como el comportamiento durante el ensayo, varían respecto al polvo sin moler. Al inicio del ensayo, para una misma resistividad inicial, de $5.8 \cdot 10^{-1} \Omega \cdot m$, la porosidad relativa ha sido del 96% para el Al AS61 AM, y del 99% para el Al AS61 ER. Por otro lado, en el caso del polvo molido se alcanza una resistividad de $1.2 \cdot 10^{-3} \Omega \cdot m$ al final del ensayo, para una porosidad relativa del 76%. Mientras que, para el Al AS61 ER, la resistividad del polvo disminuye hasta $5.8 \cdot 10^{-4} \Omega \cdot m$, y la porosidad relativa se reduce hasta el 67%.

Se ha comprobado que el comportamiento del níquel durante el ensayo es diferente al resto de polvos, con una disminución significativa de la resistividad desde su valor inicial

de $3.1 \cdot 10^{-1} \Omega \cdot m$, para una porosidad relativa inicial del 99%, hasta el $1.5 \cdot 10^{-4} \Omega \cdot m$ alcanzado para el 97% de porosidad relativa final. Esta evolución predice, en una primera hipótesis, un buen comportamiento de estos polvos durante el proceso de sinterización por resistencia eléctrica.

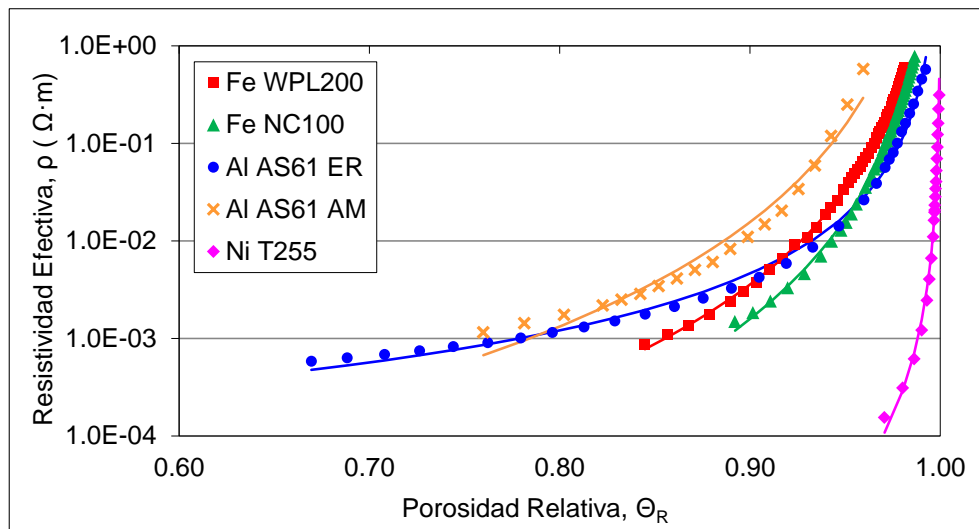


Figura 5.13. Curvas de resistividad-porosidad relativa de los polvos de hierro Fe WPL200 y Fe NC100, aluminio Al AS61 (ER y AM) y níquel Ni T255.

5.8 Polvo de Grafito KS4

Además de los materiales elegidos para la fabricación de compactos en las experiencias SRE-MF realizadas en esta Tesis (polvos de hierro, aluminio y níquel), se ha utilizado polvo de grafito como lubricante de la matriz. El polvo de grafito empleado es suministrado por la empresa Timcal Graphite and Carbon, con la referencia KS4.

El grafito se caracteriza por tener una estructura cristalina formada por átomos de carbono organizados en planos paralelos entre sí. Dentro de cada plano los átomos de carbono se encuentran fuertemente ligados entre ellos adoptando una disposición hexagonal, mientras que la unión entre planos es más débil. Estas características microestructurales confieren una gran capacidad de deslizamiento de un plano sobre otro, y hacen que el grafito sea un lubricante ideal.

Tal y como se describe en el Procedimiento Experimental (Capítulo 4, apartado 4.3), se utiliza una suspensión de grafito en acetona para facilitar la aplicación de este polvo en las paredes interiores de la matriz (del tubo cerámico).

A continuación, Tabla 5.12, se presenta la composición, con la cantidad de las principales impurezas del grafito KS4 según los datos suministrados por el fabricante.

Tabla 5.12. Composición del polvo de grafito KS4: principales impurezas (datos del fabricante).

Impureza	Cantidad
Ceniza	0.07%
Humedad	0.1%
Hierro (Fe)	135 ppm
Silicio (Si)	90 ppm
Calcio (Ca)	90 ppm
Azufre (S)	50 ppm
Aluminio (Al)	10 ppm
Titanio (Ti)	7 ppm
Vanadio (V)	3 ppm
Níquel (Ni)	2 ppm
Plomo (Pb)	< 2 ppm

Las principales propiedades del polvo de grafito empleado se muestran en la Tabla 5.13. El estudio granulométrico permite ver que prácticamente la totalidad de las partículas, el 90%, tiene un tamaño menor de 4.7 μm ; quedando el tamaño del 50% de las partículas por debajo de 2.4 μm , y del 10% inferior a 0.9 μm .

Tabla 5.13. Principales propiedades del polvo de grafito KS4 (datos del fabricante).

Densidad Scott	0.07 g/cm ³
Superficie específica	26 cm ² /g
Tamaño de partículas d(0.1)	0.9 μm
Tamaño de partículas d(0.5)	2.4 μm
Tamaño de partículas d(0.9)	4.7 μm

Capítulo 6

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1 Resumen de las experiencias realizadas

Para la consolidación mediante la técnica de sinterización eléctrica con media frecuencia (SRE-MF) se necesita, en primer lugar, fijar las condiciones de trabajo de las experiencias con cada uno de los polvos empleados. A partir de experiencias previas que no se detallan en esta memoria, se han podido fijar unos valores de partida para los parámetros más significativos implicados en el proceso (diferentes para cada uno de los materiales de partida). No obstante, uno de los objetivos principales de este trabajo es determinar las condiciones óptimas de sinterización por SRE-MF para cada material.

Para cada uno de los materiales elegidos, han sido empleadas tres presiones de compactación diferentes (80, 90 y 100 MPa), las cuales se han encontrado eficaces en los estudios tentativos previos. Y, con cada una de estas presiones, los compactos se han fabricado variando, por un lado, la intensidad de corriente eléctrica en la etapa de calentamiento (I_{2i}), y, por otro, el tiempo de paso de dicha corriente eléctrica (ts_2); es decir, variando el tiempo de sinterización ($ts = ts_1 + ts_2$). Los valores para el resto de parámetros implicados como, por ejemplo, la intensidad de corriente en la etapa de precalentamiento ($I_{1i} = 3.0 \text{ kA}$) o el tiempo de paso de la misma ($ts_1 = 10 \text{ ms}$), se han fijado según se detalla en el apartado 4.3 del Capítulo 4.

A continuación, se muestran las condiciones de intensidad y tiempo de sinterización empleadas (I_{2i} , ts_2), para los polvos de hierro, aluminio y níquel (Tabla 6.1). Los valores de intensidad y tiempo de sinterización indicados en la tabla han sido idénticos para las tres presiones utilizadas. Se han marcado con un tic verde (✓) las experiencias válidas, es decir, en las que se obtuvieron piezas consolidadas, que pudieron ser caracterizadas posteriormente. Las marcadas con una cruz roja (X) se corresponden con experiencias no válidas o no llevadas a cabo (mal consolidadas y que no pudieron ser caracterizadas).

Tabla 6.1. Resumen de las condiciones (intensidad y tiempo de sinterización) de las experiencias SRE-MF de los diferentes polvos consolidados (Fe WPL200, Fe NC100, Al AS61 y Ni T255). Todas ellas llevadas a cabo para tres presiones: 80, 90 y 100 MPa.

Presiones: 80, 90 y 100 MPa																	
	I2i (kA)	4.5	5.0	5.5	6.0	6.5	7.0	7.5	8.0	8.5	9.0	9.5	10.0	10.5	11.0	12.0	
	ts2 (ms)	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	290 390 490 590 690	
Material	Fe WPL200 Fe NC100	X	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	—	—	
	Al AS61	—	✓	✓	✓	✓	✓	✓ X [*]	✓ X[*]	—	—	—	—	—	—	—	
	Ni T255	—	✓	—	✓	—	✓	—	✓	—	✓	—	✓	—	✓	X	

(✓): experiencias válidas.

(X): experiencias no válidas; [*]: Para el aluminio, con las presiones de 90 y 100 MPa, no resultaron válidas las experiencias con 7.5 y 8.0 kA y tiempos superiores (desde 490 y 590 ms).

(—): experiencias no llevadas a cabo.

En el caso de los polvos de hierro, la intensidad máxima empleada fue de 10.5 kA, ya que, aunque los compactos obtenidos con estas condiciones presentaban buenas propiedades finales, comenzaron a aparecer problemas de soldadura de los compactos a las obleas para las condiciones máximas de intensidad y tiempo (10.5 kA, 690 ms). Por el contrario, el uso de una intensidad de sinterización demasiado baja (4.5 kA) no permitía que el polvo llegase a consolidar, Figura 6.1a.

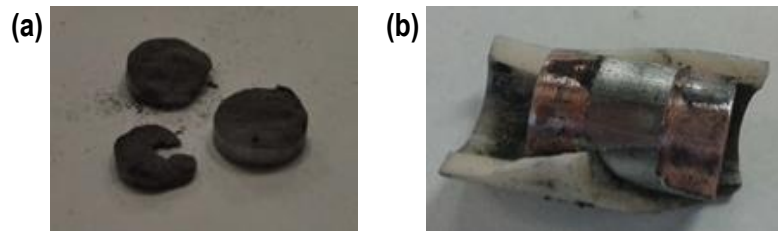


Figura 6.1. a) Polvo de hierro sin consolidar debido a usar una intensidad demasiado baja (4.5 kA). b) Compacto de aluminio soldado a las obleas y al tubo por el uso de una intensidad excesiva (7.0-8.0 kA)

Con el polvo de aluminio, se decidió no bajar de 5.0 kA, ya que en pruebas realizadas previamente se había comprobado que valores inferiores de intensidad no permitían la correcta sinterización del polvo. Por otro lado, no se pudo aumentar la intensidad por encima de 8.0 kA, ya que las temperaturas alcanzadas en estas condiciones hacían que los compactos se soldasen a las obleas y agrietasen el tubo cerámico (Figura 6.1b), siendo necesario reemplazar dichos elementos para la siguiente experiencia. Debido a esto, para la presión de 90 MPa, no se han fabricado compactos con la intensidad de 7.5 kA y tiempos de paso de 590 y 690 ms, y con 8.0 kA para $ts_2 \geq 490$ ms. Asimismo, para 100 MPa, no se han obtenido resultados de las experiencias con 7.5 y 8.0 kA para $ts_2 \geq 490$ ms.

Por último, para las experiencias con el Ni T255 se decidió trabajar con un salto en la intensidad de 1.0 kA, en lugar de incrementos de 0.5 kA como se hizo con el resto de materiales, con el fin de evitar un volumen de piezas excesivo. Además, se ha comprobado que con variaciones de 1.0 kA se obtiene una evolución clara y uniforme de las propiedades de los compactos, sin grandes saltos en los resultados correspondientes a cada muestra. Y, en este caso, se ha aumentado el valor de la intensidad de corriente máxima, alcanzándose hasta los 12.0 kA. Sin embargo, solo se pudieron fabricar piezas empleando 11.0 kA, ya que comenzaron a presentarse problemas de soldadura al aumentar la intensidad por encima de este valor.

Hay que mencionar también que, para cada combinación de valores *presión - intensidad de corriente - tiempo* (es decir, para cada casilla en la Tabla 6.1), se han fabricado un mínimo de dos compactos. Los resultados presentados en este capítulo son, por tanto, valores promedios obtenidos a partir de la caracterización de cada pareja de compactos iguales. No obstante, en algunos casos seleccionados ha sido necesario fabricar más de dos compactos con las mismas condiciones de sinterización, para llevar a cabo una caracterización a mayor profundidad.

6.2 Designación de los compactos

Antes de presentar los resultados obtenidos, es importante explicar la designación empleada para nombrar cada experiencia SRE-MF realizada y, por consiguiente, la del compacto fabricado en dicho proceso.

Se ha optado por utilizar una designación sencilla, que permite conocer las condiciones de fabricación de cada compacto. Así, se ha establecido la nomenclatura que muestra el esquema de la Figura 6.2.

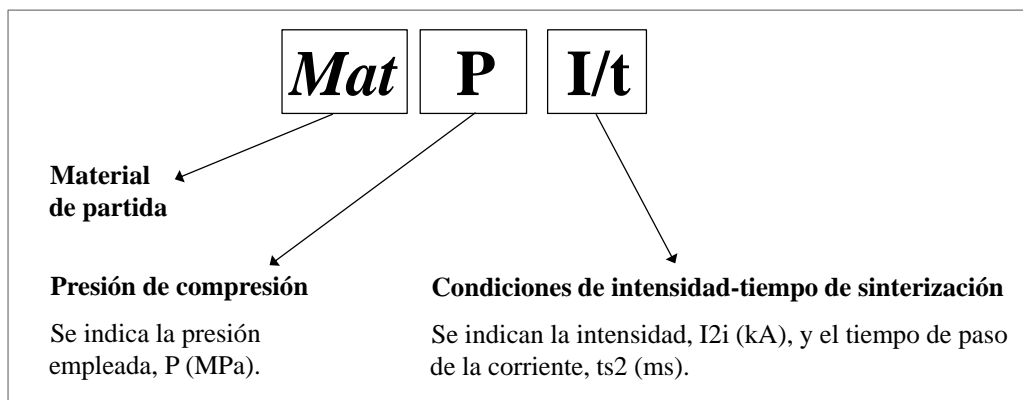


Figura 6.2. Esquema de la designación de los compactos fabricados por SRE-MF.

En primer lugar se describe el material de partida. Por tanto, se indica si se trata de un compacto fabricado a partir de polvo de hierro (Fe WPL200 o Fe NC100), aluminio (Al AS61) o níquel (Ni T255). El segundo término indica la presión empleada. Y, por último, se describen las condiciones de intensidad (I_{2i}) y tiempo de sinterización (ts_2).

A continuación se han incluido algunos ejemplos de compactos fabricados por SRE-MF, con su designación correspondiente:

Fe WPL200 80 5.5/490: *Compacto de polvo de hierro WPL200 consolidado empleando una presión de 80 MPa, una intensidad de corriente $I_{2i} = 5.5$ kA y un tiempo de paso de esta corriente $ts2 = 490$ ms.*

Al AS61 90 8.0/390: *Compacto de polvo de aluminio AS61 molido 5 minutos, y consolidado empleando una presión de 90 MPa, y una intensidad de corriente $I_{2i} = 8.0$ kA durante un tiempo de paso $ts2 = 390$ ms.*

Ni T255 100 11.0/690: *Compacto de polvo de níquel T255 consolidado empleando una presión de 100 MPa, una intensidad de corriente $I_{2i} = 11.0$ kA y un tiempo de paso de esta corriente $ts2 = 690$ ms.*

6.3 Comportamiento de los polvos en la SRE-MF

En este apartado se muestra, para cada material, la evolución de las variables principales que intervienen en una experiencia de SRE-MF, con el fin de estudiar el comportamiento del polvo durante su consolidación mediante esta técnica. Las variables son: presión aplicada, altura de la columna de polvo, intensidad de corriente eléctrica, energía térmica generada, resistencia eléctrica de la columna de polvo/compacto y porosidad global.

Para llevar a cabo este estudio, se han seleccionado, de forma arbitraria, los resultados de las experiencias realizadas con los valores de presión, intensidad y tiempo de sinterización que se indican en la Tabla 6.2. No obstante, se ha comprobado que, en general, el comportamiento observado en las siguientes gráficas es independiente de las condiciones de trabajo empleadas. Por tanto, las conclusiones extraídas de la interpretación de los resultados representados a continuación (apartados 6.3.1, 6.3.2 y 6.3.3), son cualitativamente trasladables al resto de experiencias llevadas a cabo.

Tabla 6.2. Condiciones de sinterización de las experiencias SRE-MF representadas para el estudio del comportamiento de los diferentes polvos durante el proceso de consolidación.

POLVO	Presión (MPa)	Intensidad I_{2i} (kA)	Tiempo $ts2$ (ms)	Compacto final
Fe WPL200	100	10.5	690	Fe WPL200 100 10.5/690
Fe NC100	100	10.5	690	Fe NC100 100 10.5/690
Al AS61	80	5.0	690	Al AS61 80 5.0/690
Ni T255	90	11.0	690	Ni T255 90 11.0/690

A la hora de analizar las gráficas que se presentan a continuación, es importante recordar los valores de los principales tiempos que intervienen en una experiencia de SRE-

MF, y que se han fijado para todas las experiencias llevadas a cabo en este trabajo, según lo descrito en el apartado 4.3 del Capítulo 4. El tiempo de sinterización completo es la suma de la variable ts_2 , más el tiempo de paso ($ts_1 = 10$ ms) de la corriente inicial de precalentamiento ($I_{1s} = 3.0$ kA). Los tiempos de aproximación, apriete y enfriamiento también se han fijado en 100, 200 y 300 ms, respectivamente. En la Figura 6.3 se muestra la secuencia de estos tiempos. En todas las gráficas que se van a ver a continuación, se representa desde que termina el periodo de aproximación ($t = 0$) hasta que termina el periodo de enfriamiento, ya que el sistema informático incorporado en la máquina de SRE-MF permite registrar datos únicamente en este intervalo de tiempo.

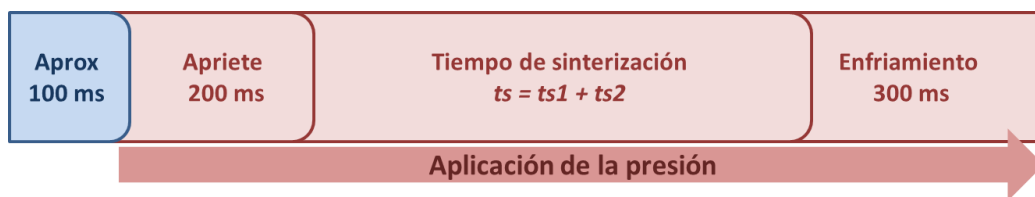


Figura 6.3. Esquema de los tiempos principales que intervienen en las experiencias SRE-MF, indicando el periodo durante el cual se aplica la presión de compresión.

6.3.1 Evolución de la presión y la altura de la columna de polvo

Para las experiencias de sinterización eléctrica, interesa que la presión se mantenga constante durante todo el proceso, lo cual es posible con la máquina de soldadura empleada en el presente trabajo. Sin embargo, en las gráficas obtenidas de la evolución de la presión frente al tiempo (Figura 6.4 y Figura 6.5), se observan algunas subidas y bajadas leves. Estas variaciones de la curva se dan, principalmente, al comienzo y final del periodo de aplicación de corriente, y están relacionadas con las fases de mayor densificación del polvo. No obstante, en todas las experiencias llevadas a cabo para esta Tesis, se ha comprobado que se puede considerar que la presión aplicada se mantiene constante durante el proceso de sinterización, ya que las oscilaciones no son significativas y únicamente aparecen en cortos intervalos de tiempo. Asimismo, se ha comprobado que estas variaciones se minimizan alargando suficientemente la etapa de apriete.

En la Figura 6.4 se muestra la evolución de la carga de compresión aplicada durante una experiencia de SRE-MF con los polvos de hierro, Fe WPL200 y Fe NC100. Asimismo, se ha representado la variación de la altura de la columna de polvo durante el proceso de

consolidación, obtenida a partir de los datos de desplazamiento del cabezal superior de la máquina.

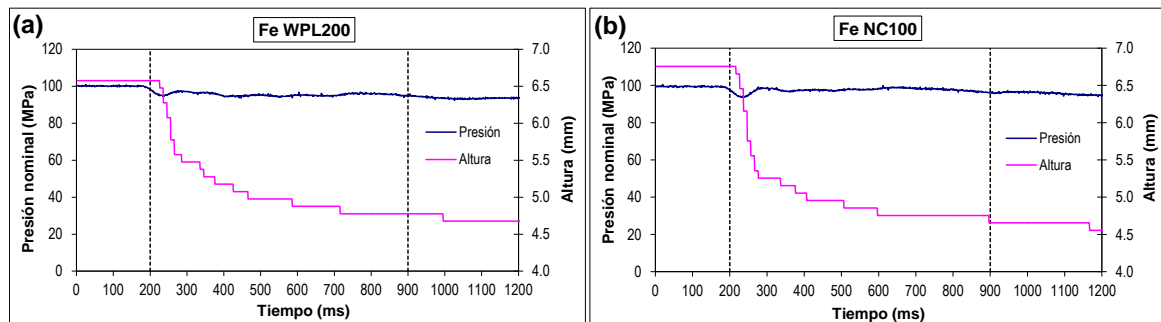


Figura 6.4. Evolución de la presión y la altura de la columna de polvo durante una experiencia SRE-MF (apriete, sinterización y enfriamiento). Curvas correspondientes a los polvos a) Fe WPL200, y b) Fe NC100, ambos sinterizados con 100 MPa, y 10.5 kA durante 690 ms.

Se observa una variación de la presión al comienzo del periodo de aplicación de corriente, coincidiendo con el instante a partir del cual comienza a disminuir la altura de la columna de polvo, y siendo este efecto más importante para el Fe NC100 (Figura 6.4b). Esto es debido a que el paso de corriente acarrea una brusca densificación y fuerte desplazamiento del punzón. La máquina es incapaz de garantizar la presión durante estos breves milisegundos.

Para ambos polvos de hierro, se puede ver que la altura disminuye notablemente desde el inicio del paso de corriente, siendo esta caída más rápida en el caso del Fe NC100 (Figura 6.4b), mientras que para el Fe WPL200 disminuye de forma más suave y se estabiliza casi al final de la etapa de sinterización (Figura 6.4a). Esto es debido a las diferentes características que presentan ambos materiales, descritas en el Capítulo 5. La menor densidad de golpeo del polvo de Fe NC100, hace que la caída de la altura que se produce cuando empieza a pasar la corriente sea mayor para dicho material.

El comportamiento observado ha sido similar en todas las experiencias, independientemente de las condiciones de trabajo utilizadas. La única diferencia encontrada, cuando se emplean valores más bajos de presión, intensidad y tiempo de sinterización, es que la disminución de dicha altura es notablemente más lenta.

En el caso de los polvos de aluminio (Figura 6.5a) y níquel (Figura 6.5b), la evolución de la presión durante el proceso es similar a la obtenida con los polvos de hierro (Figura 6.4).

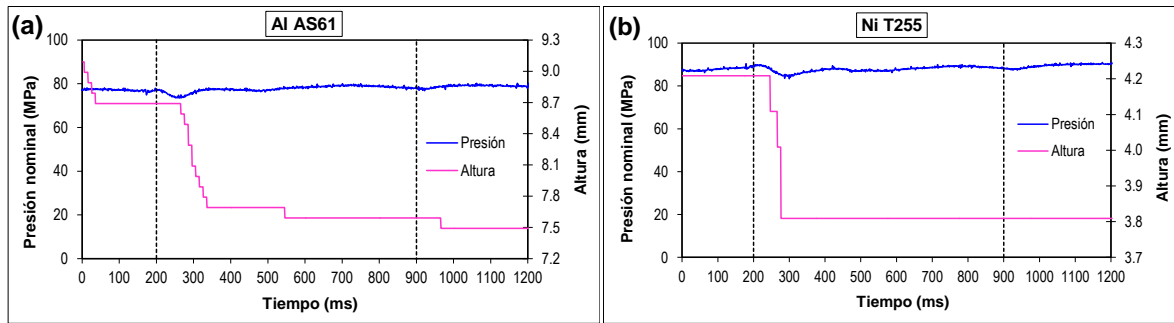


Figura 6.5. Curvas de evolución de la presión y la altura de la columna de polvo durante una experiencia SRE-MF (apriete, sinterización y enfriamiento), para los polvos a) Al AS61, sinterizado con 80 MPa, 5.0 kA y 690 ms; y b) Ni T255, sinterizado con 90 MPa, 11.0 kA y 690 ms.

En cuanto a la evolución de la altura de la columna de polvo, presenta ciertas diferencias en el caso del níquel (Figura 6.5b). Se puede ver que la caída de la altura es más brusca y se estabiliza en un intervalo de tiempo más corto respecto a lo observado para el aluminio (Figura 6.5a) y los dos hierros (Figura 6.4). Esto puede explicarse por su muy superior porosidad de golpeo, debida a las singulares características de dicho polvo, con un tamaño medio de partícula mucho más pequeño que el resto de materiales ($2.13 \mu\text{m}$), y una morfología de tipo filamentosa.

Hay que mencionar que, en todas las experiencias, ha sido necesario un ligero prensado realizado con el punzón superior de forma manual, previo a la experiencia de sinterización. Dicho prensado previo es necesario para que las obleas y los punzones tengan cabida en el interior de la matriz, y para que la superficie de contacto con el polvo a sinterizar sea adecuada. Este procedimiento se lleva a cabo con todos los polvos, pero, en el caso del níquel, su efecto es mucho más notable debido a la morfología esponjosa característica de dicho polvo. Por tanto, la densidad de la masa de polvo al inicio de la experiencia no se puede considerar realmente como su densidad de golpeo (1.25 g/cm^3), ya que se parte un polvo previamente prensado.

6.3.2 Evolución de la energía y la intensidad

Para facilitar la repetitividad y análisis de resultados, la intensidad deseada de la corriente eléctrica empleada debe alcanzar su valor lo más rápido posible, sin llegar a sobrepasarlo de forma significativa (en valores muy grandes y/o durante tiempos relativamente prolongados). Esto se ha conseguido en todas las experiencias llevadas a cabo en esta Tesis. Dependiendo de la presión aplicada y, sobre todo, del tipo de polvo de partida (su morfología, granulometría y resistividad eléctrica), la intensidad deseada se alcanzará de forma diferente.

En la Figura 6.6a se ha representado la evolución de la intensidad de corriente eléctrica durante una experiencia de SRE-MF con uno de los polvos de hierro, Fe WPL200. En los primeros instantes de la etapa de sinterización, se rompe la barrera que supone la alta resistividad eléctrica de los óxidos presentes en el polvo, aumentando la intensidad de forma muy rápida. Cuando el equipo es capaz de regular la intensidad de forma adecuada, esta disminuye y se estabiliza en el valor de I_2 programado para la experiencia (en el ejemplo de la figura, $I = 10.5$ kA), manteniéndose constante hasta el final del periodo de sinterización. Dicha evolución ha resultado similar para las experiencias con el polvo de Fe NC100 (Figura 6.6b).

En algunos casos, durante el periodo inicial de regulación de la intensidad se ha producido una caída repentina por debajo del valor de consigna. Esto es debido a que, cuando la intensidad comienza a crecer rápidamente, el equipo rectifica y reduce esta intensidad de forma automática, y a veces de forma excesiva.

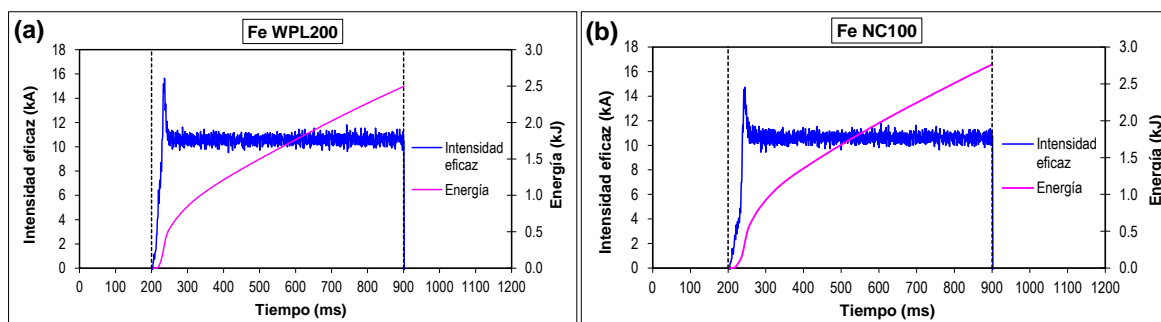


Figura 6.6. Evolución de la intensidad de corriente eléctrica y energía térmica liberada durante una experiencia SRE-MF (apriete, sinterización y enfriamiento), correspondiente a los polvos a) Fe WPL200, y b) Fe NC100, ambos sinterizados con 100 MPa, y 10.5 kA durante 690 ms.

En el caso del aluminio, el pico de corriente durante el periodo inicial de regulación a veces se mantiene durante tiempos algo más prolongados (Figura 6.7a, $t \approx 240-275$ ms), respecto a lo observado con el resto de materiales. No obstante, el área encerrada bajo la curva de intensidad cumple las condiciones descritas en el apartado 2.2.5 del Capítulo 2. Así pues, las experiencias pueden darse por válidas, y aplicarse el modelo teórico considerado en esta Tesis.

Por el contrario, en el caso del níquel, se ha comprobado que el equipo es capaz de regular más fácilmente la intensidad. Así, tanto en el ejemplo representado en la Figura 6.7b, como para el resto de experiencias llevadas a cabo con dicho polvo, la curva de la

intensidad registrada durante la experiencia no presenta picos por encima del valor de la intensidad I_{2i} fijada.

Esto debe estar relacionado, por un lado, con la diferente morfología del polvo Ni T255 respecto a los demás polvos empleados en el presente trabajo. No obstante, la principal causa es la menor resistividad eléctrica del óxido de níquel (del orden de $10^{-1} \Omega \cdot m$), respecto a la del óxido de hierro y aluminio (10^3 y $10^{12} \Omega \cdot m$, respectivamente) [25]. La baja resistividad eléctrica de la capa de óxido de níquel, que rodea las partículas de polvo al inicio del ensayo, hace que el equipo de sinterización sea capaz de regular mejor la intensidad desde el inicio del paso de corriente. Por el contrario, la alta resistividad del óxido de aluminio, que rodea las partículas de este polvo, dificulta el periodo de regulación de la intensidad.

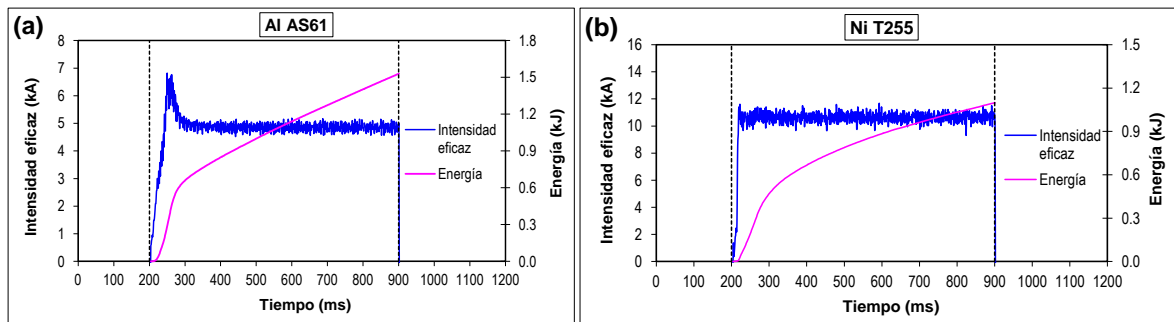


Figura 6.7. Evolución con el tiempo de la intensidad de corriente eléctrica y energía térmica liberada, para a) Al AS61 sinterizado con 80 MPa, 5.0 kA y 690 ms, y b) Ni T255 sinterizado con 90 MPa, 11.0 kA y 690 ms.

En las gráficas anteriores se incluye, también, la curva de energía térmica (acumulada) liberada por efecto Joule durante el tiempo de paso de corriente eléctrica (Figura 6.6 y Figura 6.7). Se puede ver que la evolución es igual para los diferentes polvos, aumentando de forma aproximadamente lineal durante la etapa principal de sinterización. Al comienzo del paso de corriente, el crecimiento de la energía es mayor, y se corresponde con el pico de intensidad durante su periodo de regulación. Una vez que la intensidad de corriente se estabiliza en torno al valor programado, la energía sigue aumentando, pero ahora con una pendiente menor, y se mantiene esta tendencia hasta el final de la etapa de sinterización.

Al finalizar una experiencia de SRE-MF, es posible conocer el valor de la energía suministrada, a partir de los valores de intensidad y tensión, y así calcular el valor de la energía térmica específica (ETE) de cada experiencia. Los resultados de la ETE obtenidos para cada uno de los materiales se estudian más adelante en este capítulo. Además, permiti-

r  evaluar propiedades de los compactos, como la porosidad o la resistividad el ctrica, en funci n del valor de la energ a aportada durante su proceso de consolidaci n por SRE-MF.

6.3.3 Evoluci n de la porosidad y la resistencia el ctrica

Se describen ahora las caracter sticas generales de la variaci n con el tiempo de la porosidad global (valor representado en tanto por uno) de la columna de polvo/compacto durante una experiencia SRE-MF. Asimismo, se detallan las generalidades de la evoluci n de la resistencia el ctrica durante la etapa de sinterizaci n.

En general, la forma de las curvas obtenidas para la evoluci n de la porosidad es similar para todas las experiencias: se mantiene durante los primeros instantes del paso de la corriente el ctrica, y despu s disminuye de forma continua hasta estabilizarse en su valor final. La  nica diferencia entre las gr ficas obtenidas para diferentes experiencias, est  en la velocidad de disminuci n de la porosidad, que depende, principalmente, de las condiciones de sinterizaci n y del material de partida.

En el caso de experiencias llevadas a cabo con intensidades mayores, se observa una mayor velocidad de disminuci n de la porosidad, mientras que para el caso de intensidades menores, la ca da de dicha curva es m s suave. Adem s, en los casos de mayor presi n, intensidad y tiempos de sinterizaci n, el valor de la porosidad final es significativamente m s bajo. Estos valores finales alcanzados determinan los resultados de porosidad de los compactos, que se recogen para cada uno de los materiales en los siguientes apartados de este cap tulo.

En la Figura 6.8 se puede ver que, para iguales condiciones de sinterizaci n, la evoluci n de la porosidad es diferente para los dos polvos de hierro. Al igual que ocurr a con la altura de la columna de polvo, la disminuci n inicial de la porosidad global es m s r pida en el caso del polvo de Fe NC100, debido, principalmente, a su menor densidad de partida. Adem s, se puede ver que la variaci n de porosidad es algo mayor para el Fe NC100, partiendo de un valor ligeramente m s alto respecto al Fe WPL200 (en el ejemplo de la Figura 6.8, del 35% frente al 38%) y alcanzando un valor levemente inferior (6% frente a 9%). Esto se puede explicar, tal y como se ver  en los resultados de porosidad de los compactos (apartado 6.4.2), por el mayor tama o medio de part cula del polvo de Fe NC100. As , para una misma masa de polvo, existe un menor n mero de part culas, con huecos mayores entre dichas part culas, lo cual facilita su colapso y cierre. Es resultado es, por tanto, una mejora de la densificaci n final de las piezas.

En las gráficas se muestra también la evolución de la resistencia eléctrica del polvo durante la sinterización. La mayor resistencia al paso de la corriente se tiene al inicio de la etapa de calentamiento ($t = 200$ ms). Cuando comienza el paso de corriente, la resistencia eléctrica desciende de forma brusca desde dicho valor inicial máximo, siendo esta caída tan rápida que el equipo no es capaz de adquirir los datos. Después, se produce lo denominado en teoría de soldadura “resistencia dinámica” [138, 139], es decir, la resistencia remonta debido al inicio del calentamiento del polvo, para luego descender rápidamente hasta que se estabiliza, manteniéndose constante hasta el final de la experiencia. Este descenso es debido, tal y como cabe esperar, a la reducción de la porosidad de la masa de polvo durante su sinterización.

En la Figura 6.8 se puede ver que, efectivamente, no se ha conseguido la adquisición de los primeros datos, en los cuales la resistencia disminuye de forma brusca desde su valor máximo. No obstante, sí se observa el posterior pico de dicha magnitud, seguido del último descenso por la densificación del polvo.

El pico de resistencia eléctrica ha resultado mayor en el caso del Fe NC100, lo cual es debido, también, a la mayor porosidad inicial de este polvo. El mayor espacio vacío inicial entre las partículas del polvo de Fe NC100 supone una mayor resistencia al paso de la corriente eléctrica durante estos primeros instantes.

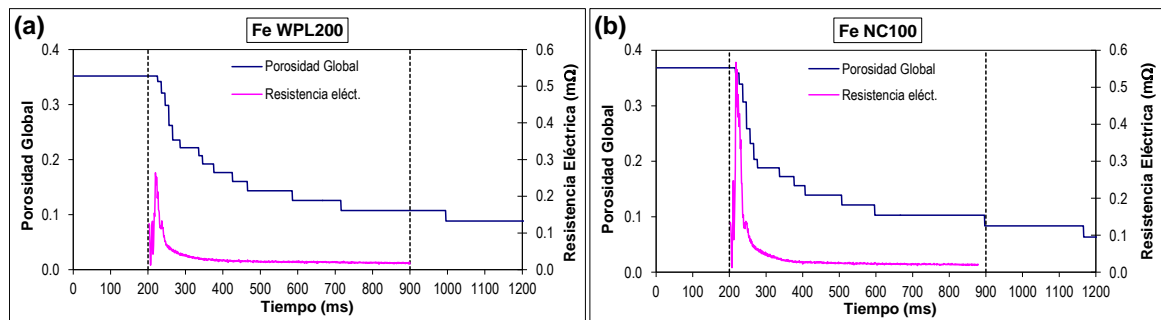


Figura 6.8. Evolución con el tiempo de la porosidad global y la resistencia eléctrica, para los polvos a) Fe WPL200, y b) Fe NC100, ambos sinterizados con 100 MPa, y 10.5 kA durante 690 ms.

El comportamiento observado para experiencias llevadas a cabo con diferentes valores de presión, intensidad y tiempo de sinterización, así como con el resto de polvos utilizados (aluminio y níquel, Figura 6.9) ha sido semejante. Además, se ha comprobado que, en general, la curva de la resistencia eléctrica se estabiliza antes de que la porosidad llegue a su valor final, y se mantiene constante hasta el final del proceso.

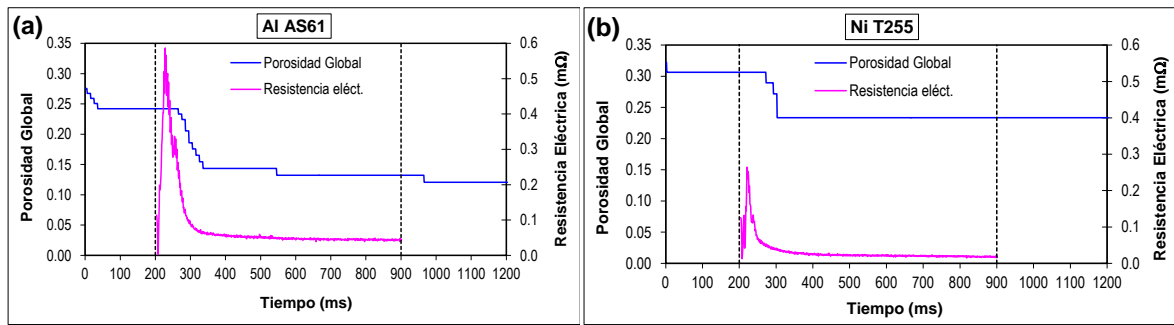


Figura 6.9. Evolución de la porosidad global y la resistencia eléctrica durante una experiencia SRE-MF, para a) Al AS61, sinterizado con 80 MPa, 5.0 kA y 690 ms, y b) Ni T255 sinterizado con 90 MPa, 11.0 kA y 690 ms.

Es importante explicar la evolución de la resistencia eléctrica y la porosidad de forma simultánea, debido a la gran relación que existe entre ambas magnitudes globales, pero cuyos comportamientos no son paralelos. La Figura 6.10 muestra una evolución genérica de dichos parámetros durante el proceso de sinterización. La evolución de ambas curvas se explica correctamente a través de las hipótesis del modelo teórico descrito en el Capítulo 2; la reproducción de estos comportamientos es su principal aval.

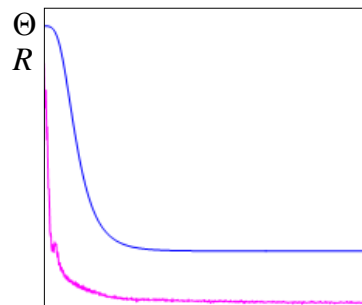


Figura 6.10. Evolución general de la resistencia eléctrica (R) y de la porosidad global (Θ) de los polvos durante su consolidación mediante sinterización por resistencia eléctrica.

6.4 Compactos de hierro WPL200 y NC100

6.4.1 Energía térmica específica

La caracterización de los compactos fabricados por SRE-MF comienza por el cálculo de la energía térmica específica, ETE, aportada durante su proceso de consolidación. El procedimiento experimental seguido para obtener estos valores se describe en el apartado 4.4.1 del Capítulo 4.

A continuación, se muestran los valores de la ETE (kJ/g) aportada durante el proceso de consolidación para cada uno de los compactos fabricados con los dos polvos de hierro, Fe WPL200 y Fe NC100. En la Figura 6.11 se recogen los resultados obtenidos para las tres presiones aplicadas, 80, 90 y 100 MPa. En cada gráfica se ha representado la ETE en función de la intensidad (I_{2i}) y para los diferentes tiempos de sinterización (t_{s2}) empleados.

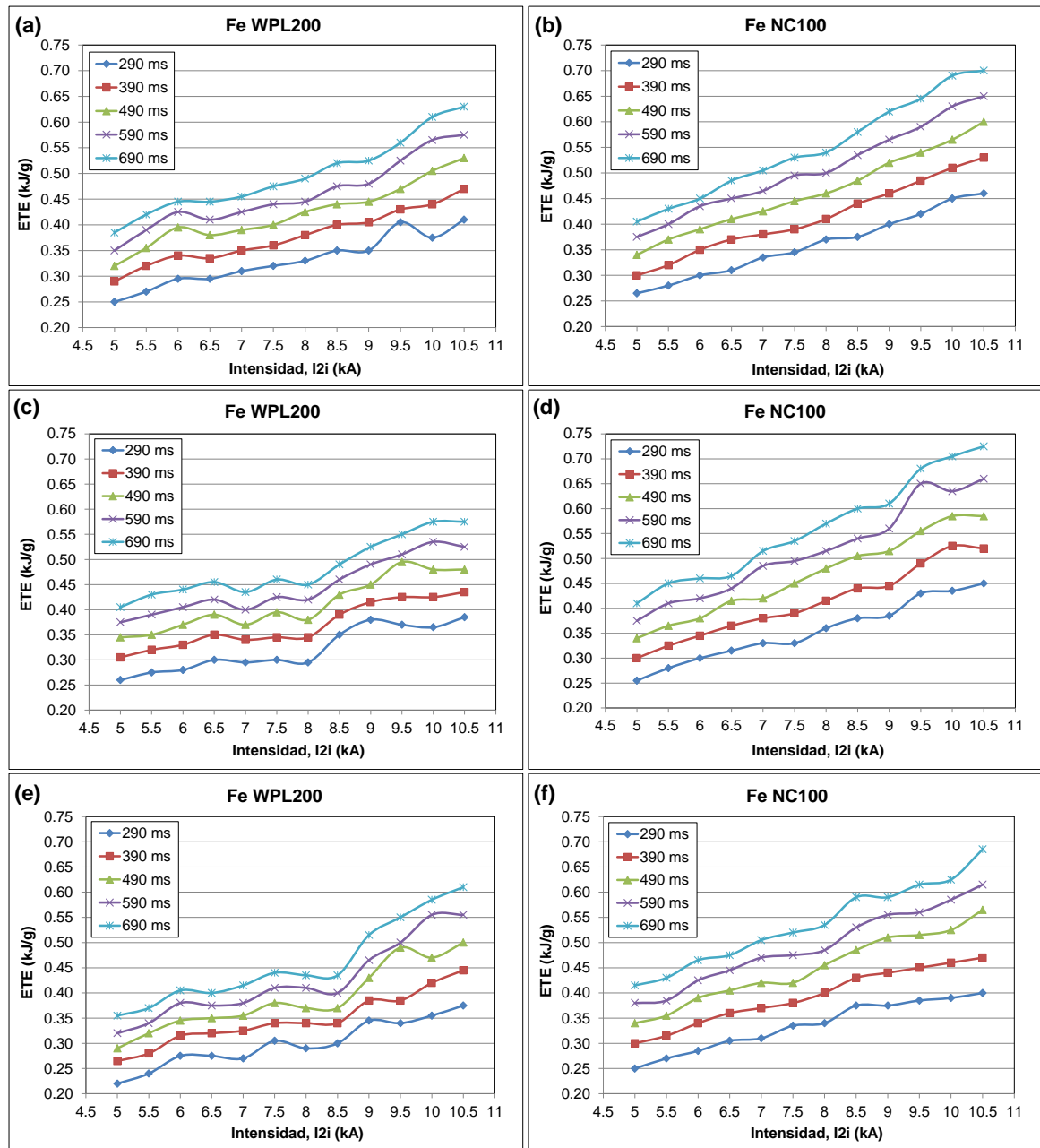


Figura 6.11. ETE de los compactos de hierro, WPL200 y NC100, consolidados con las distintas presiones: a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa.

Comparando las gráficas de las tres figuras, se puede ver que, para los compactos de ambos polvos de hierro, la ETE no varía de forma importante al modificar la presión de compactación. No obstante, en algunos casos se aprecia una ligera disminución de la ETE al aumentar la presión, siendo esto más notable en el caso del Fe WPL200. Por ejemplo, para la muestra 5.0/690, la ETE ha sido de 0.39 y 0.40 kJ/g para 80 y 90 MPa, respectivamente (Figura 6.11a y c), y se reduce a 0.36 kJ/g con 100 MPa (Figura 6.11e). Esto puede explicarse considerando el menor tamaño de partícula del polvo de Fe WPL200, de forma que al aumentar la presión de compactación, las partículas se reacomodan más fácilmente, quedando un mínimo espacio vacío entre ellas. Así, para alcanzar un mismo nivel de densificación, la ETE necesaria será menor.

Por otro lado, a diferencia del leve efecto de la presión, sí se aprecia un cambio significativo de la ETE al modificar las condiciones de intensidad y tiempo de sinterización. Así, para cualquiera de las tres presiones y los dos tipos de hierro, se puede ver que la ETE aumenta conforme se incrementan los valores de I_2 y t_{s2} . Esto es debido al incremento de las dos funciones, $I(t)$ y $R(t)$, que intervienen en la integral para el cálculo de la energía (Ecuación M21, apartado 2.2.4 del Capítulo 2), ya que aumenta tanto el valor eficaz como el tiempo durante el cual se mantiene la evolución de ambas magnitudes. En particular, con 100 MPa de presión, y para las condiciones mínimas de intensidad y tiempo de sinterización, 5.0 kA y 290 ms, la ETE ha sido de 0.22 kJ/g para el Fe WPL200 (Figura 6.11e, compacto Fe WPL200 100 5.0/290). Y, aumentando la intensidad y el tiempo hasta el valor máximo empleado para ambas variables (10.5 kA y 690 ms; compacto Fe WPL200 100 10.5/690), la ETE alcanzó el valor de 0.61 kJ/g. En el caso del Fe NC100 y para las mismas condiciones de sinterización, la ETE aumenta de 0.25 a 0.69 kJ/g para los compactos Fe NC100 100 5.0/290 y Fe NC100 100 10.5/690, respectivamente (Figura 6.11f).

Además, se ha comprobado que la energía aportada durante la consolidación del polvo Fe NC100, utilizando iguales condiciones de sinterización, es mayor que la aportada para el Fe WPL200. Este efecto se puede explicar, de nuevo, considerando la diferencia de tamaño de partícula de ambos polvos. Al ser mayor el tamaño medio de partícula del Fe NC100, los huecos entre ellas serán también mayores; de hecho, las densidades aparente y de golpeo son inferiores a las del Fe WPL200 (apartado 5.2, Capítulo 5). Entonces, la resistencia al paso de la corriente eléctrica es mayor al inicio de la sinterización del Fe NC100, lo cual conlleva un aumento de la energía térmica aportada durante dicho proceso.

6.4.2 Porosidad

En la Figura 6.12 se muestran los resultados de porosidad de los compactos de Fe WPL200 y Fe NC100 fabricados mediante SRE-MF. En las gráficas se ha representado la porosidad frente a la intensidad (I_{2i}), para los diferentes tiempos de sinterización (t_{s2}) y cada una de las tres presiones.

En general, se ha comprobado que, para iguales condiciones de intensidad y tiempo de sinterización, la porosidad disminuye ligeramente al aumentar la carga de compresión aplicada, debido a que se reduce el tamaño y el número de huecos entre las partículas de polvo, facilitando así el proceso de sinterización. Esto ocurre tanto para los compactos del hierro WPL200 como para los del NC100. Así, para las condiciones máximas de intensidad y tiempo de sinterización empleadas (10.5 kA y 690 ms), la porosidad de los compactos de Fe WPL200 fabricados con las presiones de 80, 90 y 100 MPa, ha sido de 9.2, 8.2 y 7.9%, respectivamente. De igual forma, para los compactos de Fe NC100 obtenidos con las mismas condiciones de consolidación, la porosidad ha resultado ser ligeramente inferior, (6.4, 6.0 y 5.3%, respectivamente). Esto se puede explicar, tal y como se adelantó en el apartado 6.3.3, teniendo en cuenta el mayor tamaño medio de partícula del polvo de Fe NC100; que se traduce en que, para una misma masa de polvo, existe un menor número de partículas. De este modo, los huecos entre las partículas serán mayores, facilitando así su colapso y cierre, lo que se percibe como una mejora de la densificación.

Por otra parte, al incrementarse los valores de intensidad y tiempo de sinterización, la porosidad de los compactos disminuye de forma importante. Esto es debido a la mayor temperatura alcanzada en el material durante su sinterización, que permite una mejor unión de las partículas de polvo y, por tanto, una mejor densificación. De este modo, en la Figura 6.12e (100 MPa, compactos de Fe WPL200), se puede ver que la porosidad decrece desde el 33.3%, obtenido con las condiciones mínimas de intensidad y tiempo de sinterización, 5.0 kA y 290 ms (Fe WPL200 100 5.0/290), hasta el valor mínimo de 7.9% alcanzado para las condiciones máximas de intensidad y tiempo, 10.5 kA y 690 ms (Fe WPL200 100 10.5/690). En el caso del hierro NC100 (Figura 6.12f), y para idénticas condiciones de sinterización, la porosidad varía entre el 30.4% (Fe NC100 100 5.0/290) y el 5.3% (Fe NC100 100 10.5/690).

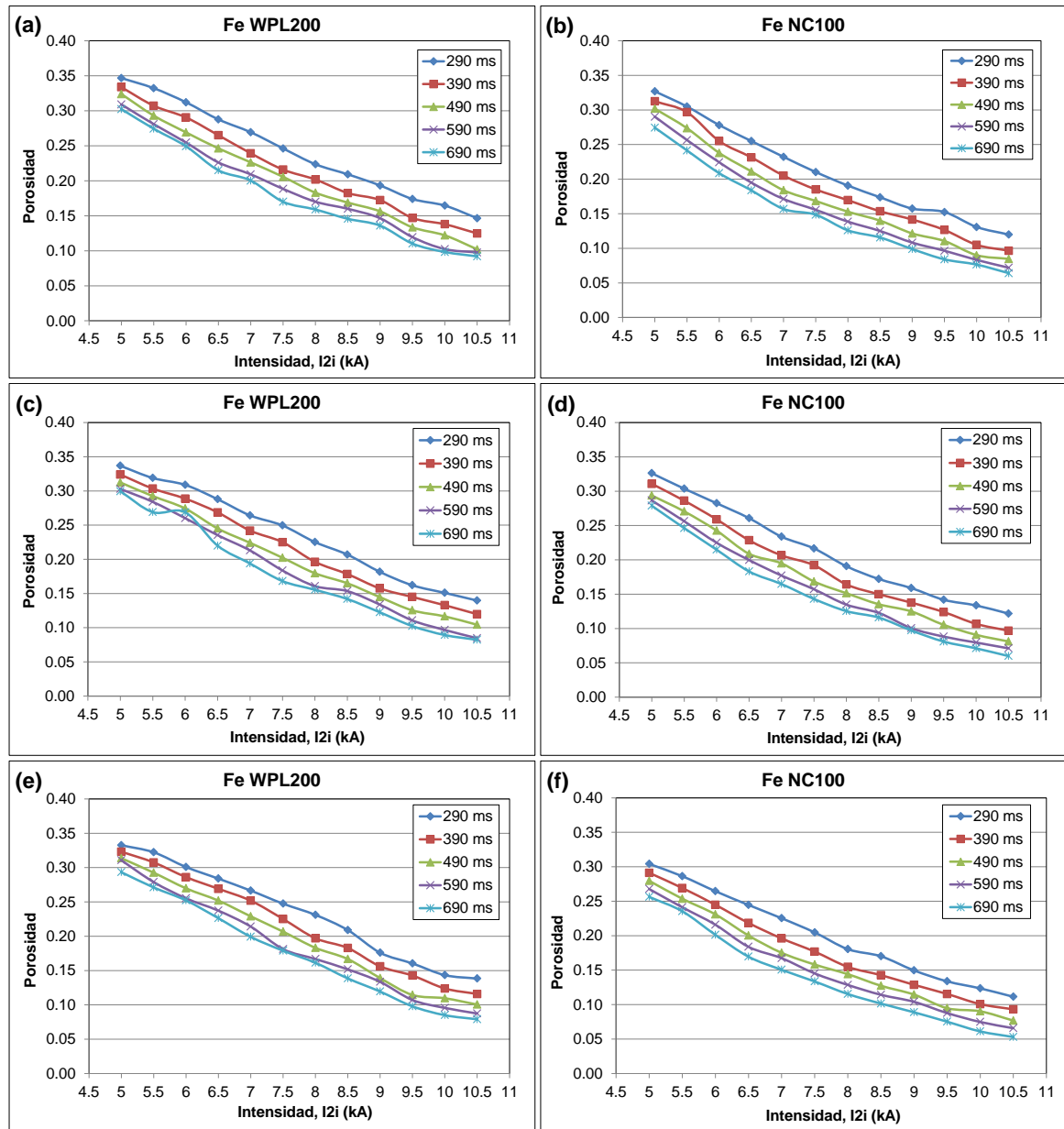


Figura 6.12. Porosidad de los compactos de Fe WPL200 y Fe NC100, fabricados por SRE-MF, bajo diferentes condiciones de intensidad y tiempo de paso, y con distintas presiones: a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa.

También, resulta interesante estudiar la relación de la porosidad de un compacto con la energía térmica aportada durante su proceso de consolidación, con el fin de tener una visión general de la influencia de los dos parámetros principales que determinan las condiciones de sinterización: intensidad y tiempo de paso. Para ello, se ha representado la porosidad frente a la energía térmica específica, ETE (kJ/g), de cada uno de los compactos fabricados, a partir de los valores de energía presentados en el apartado 6.4.1.

A continuación se muestran las gráficas obtenidas para los compactos fabricados con los dos tipos de hierro, y con la presión de 80 MPa, Figura 6.13. El comportamiento obser-

vado ha sido similar para las otras dos presiones de compactación empleadas, 90 y 100 MPa.

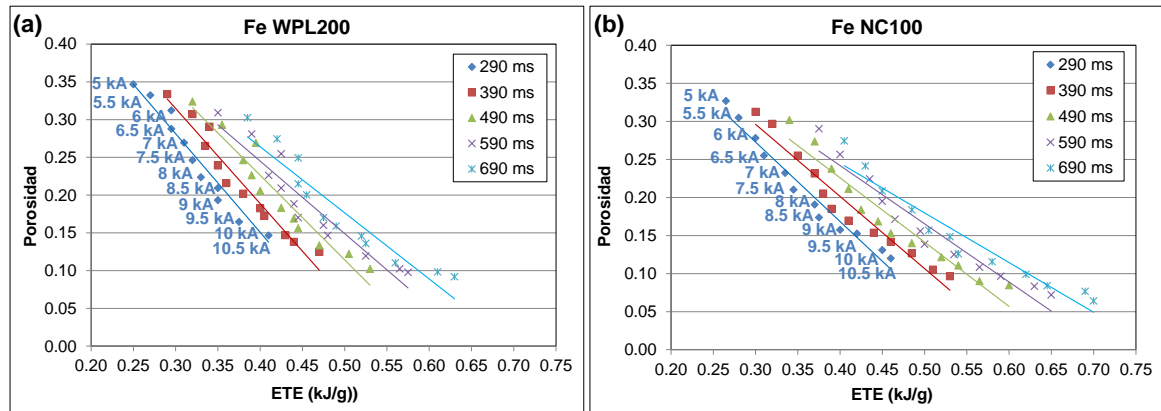


Figura 6.13. Porosidad en función de la ETE de los compactos de a) Fe WPL200, y b) Fe NC100; fabricados por SRE-MF, con 80 MPa de presión. Resultados correspondientes a las diferentes intensidades (I_2) y tiempos de sinterización (ts_2).

En primer lugar, para ambos tipos de hierro, se puede ver que la porosidad de los compactos disminuye a medida que aumenta la ETE aportada durante su proceso de consolidación, debido a la mayor temperatura alcanzada en el material durante su sinterización. No obstante, esta evolución ha resultado ser levemente más uniforme para los compactos de Fe NC100 (Figura 6.13b), que para los de Fe WPL200 (Figura 6.13a).

Por otro lado, se puede ver que es posible conseguir una misma porosidad en compactos fabricados con diferentes valores de ETE, según la combinación de presión, intensidad y tiempo empleados para su consolidación. Además, las gráficas obtenidas permiten seleccionar los parámetros del proceso SRE-MF a partir de los cuales se obtienen compactos con menor porosidad y menor aporte de energía térmica específica. Por ejemplo, para los compactos de Fe NC100 fabricados con 100 MPa de presión, Figura 6.14, se puede ver que se alcanza una misma porosidad de 7.5%, empleando las siguientes combinaciones de intensidad y tiempo: 10.5/490, 10.0/590 y 9.5/690; siendo la ETE aportada inferior para el primero de estos casos (0.57 kJ/g). Este efecto es consecuencia de la evolución de la porosidad global descrita en el apartado 6.3.3, la cual disminuye rápidamente durante el proceso de calentamiento hasta estabilizarse en un valor mínimo, y se mantiene prácticamente constante hasta el final del proceso. Entonces, para las mismas condiciones de intensidad y presión (10.5 kA y 100 MPa), el aumento del tiempo de sinterización por encima de $ts = 500$ ms ($ts_2 = 490$ ms) no consigue una mayor reducción de la porosidad, pero sí hace aumentar la ETE.

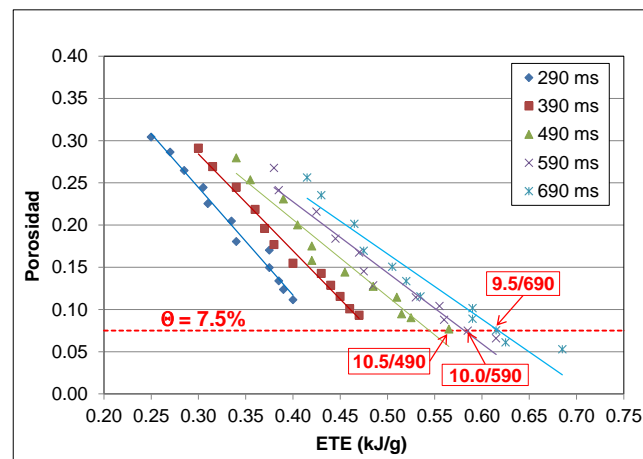


Figura 6.14. Detalle de compactos con misma porosidad obtenidos con diferentes condiciones de sinterización. Resultados de porosidad, Θ , en función de la ETE correspondiente al Fe NC100, consolidado con una presión de 100 MPa.

6.4.3 Resistividad eléctrica

Se ha medido la resistividad eléctrica para todos los compactos de Fe WPL200 y Fe NC100 fabricados con cada una de las tres presiones, Figura 6.15. En las gráficas se ha representado la resistividad eléctrica frente a la intensidad, y para los diferentes tiempos de sinterización.

En primer lugar, se observa una variación de la resistividad según la presión de compactación empleada. En el caso del Fe WPL200, para las presiones de 80 (Figura 6.15a) y 90 MPa (Figura 6.15c), es necesario un tiempo de sinterización mayor para obtener una evolución progresiva de la resistividad eléctrica, decreciendo conforme aumenta la intensidad. Así, se observa que, para los menores tiempos de sinterización (290 y 390 ms), la resistividad presenta saltos para las intensidades menores, lo cual parece ser debido a la mayor porosidad de estos compactos, que dificulta la medida de su resistencia eléctrica. Cuando la presión utilizada es de 100 MPa (Figura 6.15e), la resistividad presenta una evolución decreciente en todos los casos, incluso para las condiciones mínimas de intensidad y tiempo, lo cual ratifica la hipótesis anterior de que la elevada porosidad altera la tendencia decreciente de la resistividad.

Este efecto no se observa para los compactos de Fe NC100, donde la resistividad presenta, en general, una evolución decreciente y sin importantes oscilaciones, independientemente de las condiciones de sinterización, debido a que los resultados de porosidad obtenidos para estos compactos han sido mejores que los del Fe WPL200 (apartado 6.4.2):

con una evolución algo más uniforme al variar las condiciones de trabajo, y con valores, en general, ligeramente inferiores.

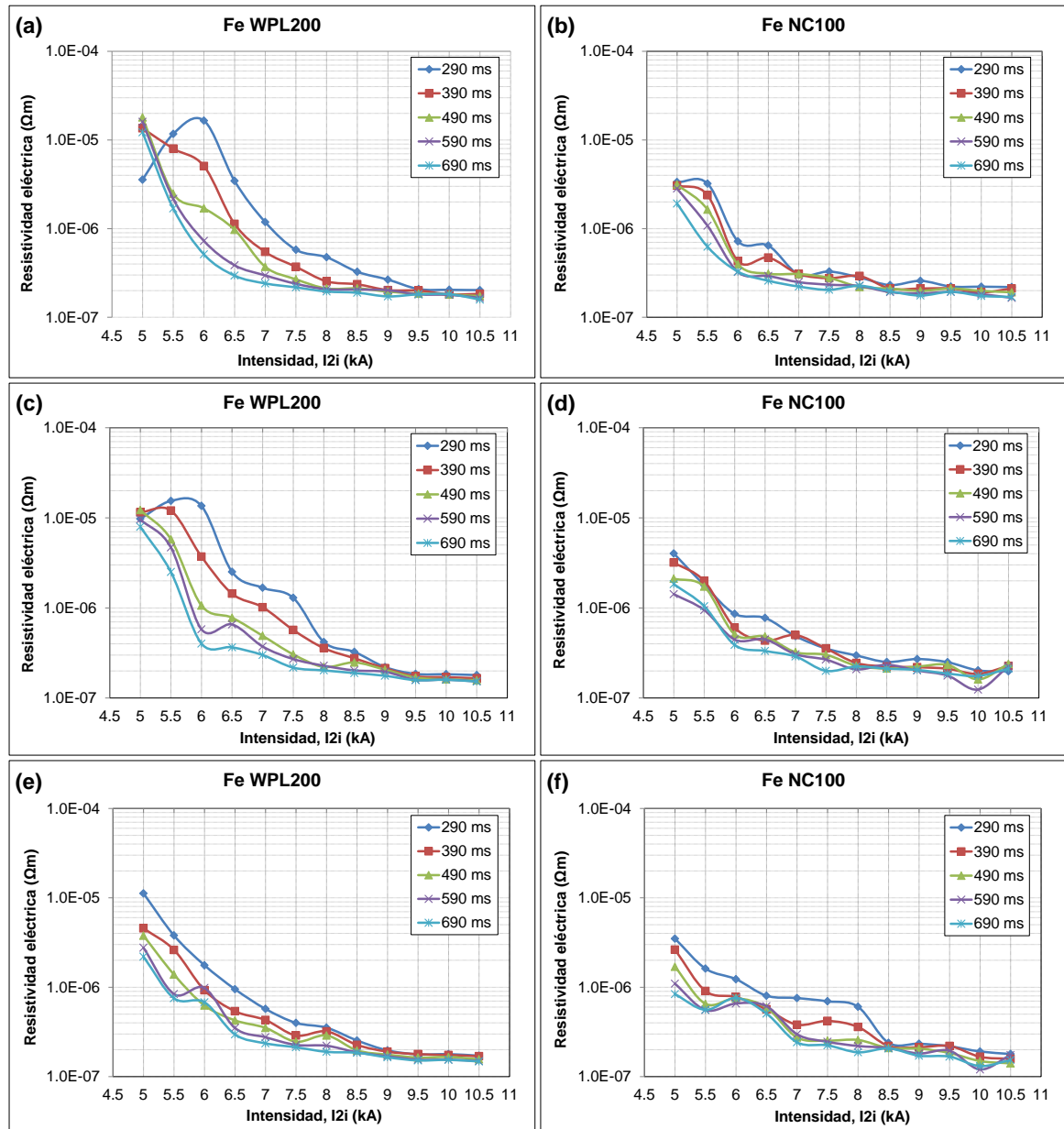


Figura 6.15. Resistividad eléctrica en función de la intensidad para los compactos de Fe WPL200 y Fe NC100, fabricados con diferentes intensidades, tiempos de paso, y presiones: a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa.

Por otro lado, al igual que se ha visto para la ETE y la porosidad, se ha comprobado que la resistividad varía de forma importante al modificar las condiciones de intensidad y tiempo de sinterización, independientemente de la presión empleada. En general, la resistividad decrece conforme se incrementan los valores de I_{2i} y ts_2 , presentando una gran variación para las intensidades entre 5.0 y 8.0 kA. Para valores superiores de intensidad, la

resistividad sigue disminuyendo, aunque más lentamente y manteniéndose en el mismo orden de magnitud. Esto ocurre para los compactos fabricados con los dos tipos de hierro. Como ejemplo, en la Figura 6.15e (presión de 100 MPa), para la serie correspondiente al máximo tiempo de sinterización (690 ms), se observa que la resistividad eléctrica de los compactos de Fe WPL200 decrece desde un valor de $2.2 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot m$ para 5.0 kA, hasta $1.9 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot m$ para 8.0 kA. Y, para intensidades mayores, la resistividad de los compactos sigue disminuyendo, hasta llegar al mínimo de $1.5 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot m$ para la intensidad de 10.5 kA. Este efecto se puede explicar teniendo en cuenta la evolución de la resistencia de la columna de polvo/compacto durante el proceso de sinterización (apartado 6.3.3), la cual se estabiliza rápidamente al principio del periodo de paso de la corriente eléctrica, debido a fenómenos de reordenamiento de partículas, y continúa sin importantes variaciones hasta el final del proceso. Por tanto, aunque se aumente el tiempo de paso de la corriente eléctrica, la resistencia eléctrica final y, por consiguiente, la resistividad de los compactos, prácticamente no varía.

A. Resistividad eléctrica frente a energía térmica específica

Se ha estudiado la variación de la resistividad eléctrica de los compactos frente a los valores de ETE obtenidos para cada uno de ellos.

Por una parte, se ha podido comprobar que la resistividad de los compactos de hierro disminuye conforme se incrementa la ETE aportada durante el proceso de consolidación de los mismos. Esto es debido a la mejor densificación de las piezas, y se puede constatar en las gráficas de la Figura 6.16, donde se muestran los resultados de resistividad frente a la ETE para los compactos de Fe WPL200 y Fe NC100 fabricados con la presión de 80 MPa. La evolución ha sido semejante para los resultados de los compactos obtenidos con las otras dos presiones (90 y 100 MPa).

Además, se observado que la resistividad eléctrica de un compacto no solo depende de la energía térmica aportada durante su proceso de fabricación, sino de la combinación intensidad/tiempo de sinterización aplicada. Como ejemplo, se ha incluido la Figura 6.17. En la gráfica se ha fijado una vertical correspondiente a un valor de ETE de 0.38 kJ/g. Se puede ver que, para dicha energía, la resistividad varía según las condiciones de sinterización de cada compacto: siendo $1.68 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot m$ para el Fe NC100 80 5.5/490, y $2.8 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot m$ para el Fe NC100 80 8.0/290. Esto es debido a que, realmente, la porosidad de dichos compactos afecta a la medida de su resistividad eléctrica. Y, tal y como se ha explicado en el apartado 6.4.2, los valores de la porosidad no son directamente proporcionales al valor

de la ETE, sino que dependen de la combinación de I_2t_2 , así como de la presión empleada en cada caso.

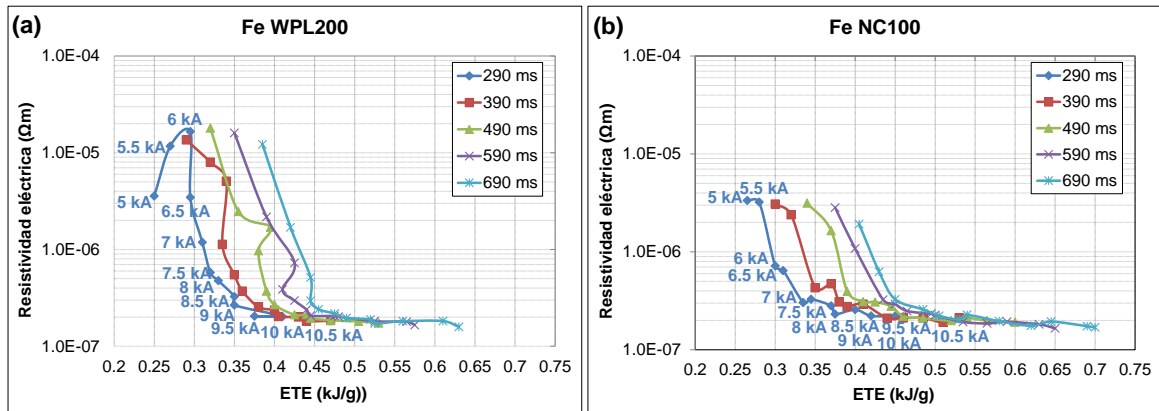


Figura 6.16. Resistividad eléctrica en función de la ETE de los compactos de a) Fe WPL200, y b) Fe NC100; fabricados por SRE-MF con 80 MPa de presión. Resultados correspondientes a las diferentes intensidades, representados en series de tiempo de sinterización.

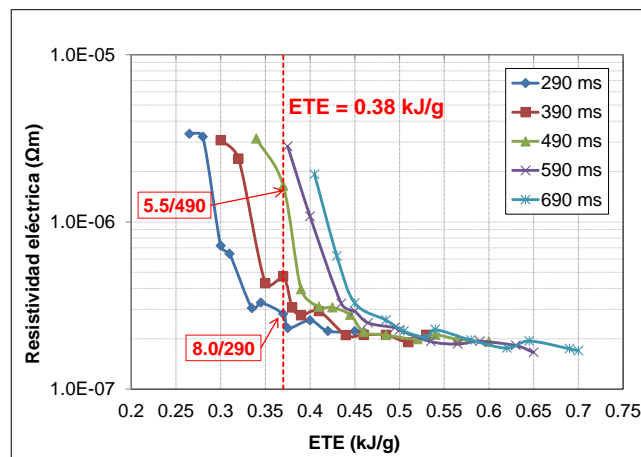


Figura 6.17. Detalle de compactos obtenidos con igual aporte de energía, y diferente resistividad eléctrica. Valores de resistividad en función de la ETE, correspondiente a los compactos de Fe NC100 fabricados con 80 MPa de presión.

B. Resistividad eléctrica frente a porosidad

Para terminar con el estudio de los resultados de resistividad eléctrica obtenidos, se ha representado esta propiedad frente a la porosidad de los compactos. En este caso, se ha encontrado una relación directamente proporcional entre ambas variables. Esto se ha observado para los dos tipos de hierro estudiados, independientemente de la presión y de las condiciones de sinterización (I_2t_2) empleadas.

En la Figura 6.18 se muestran las gráficas de resistividad frente a porosidad de los compactos de Fe WPL200 y Fe NC100, obtenidos con 80 MPa de presión. Se puede ver que, para porosidades por encima del 20-25%, las medidas de resistividad eléctrica son algo más dispersas. Esto es debido a que, la mayor porosidad de estos compactos dificulta el proceso experimental de medida de su resistencia eléctrica. Sin embargo, para porosidades menores, todas las líneas de resultados se solapan, independientemente de las condiciones de sinterización de los compactos.

Este mismo efecto se ha observado para las gráficas correspondientes a las presiones de 90 y 100 MPa, e indica que existe una relación directa entre la resistividad eléctrica de las piezas y su porosidad. Independientemente de la evolución de dichas magnitudes durante la sinterización, ambas alcanzan su valor mínimo cuando se emplean intensidades a partir de, aproximadamente, 7.5 kA. Así, aunque se modifiquen las condiciones de sinterización, la resistividad de los compactos con un determinado nivel de porosidad será siempre la misma, e igual al valor mínimo alcanzado por dicha magnitud durante el proceso de sinterizado.

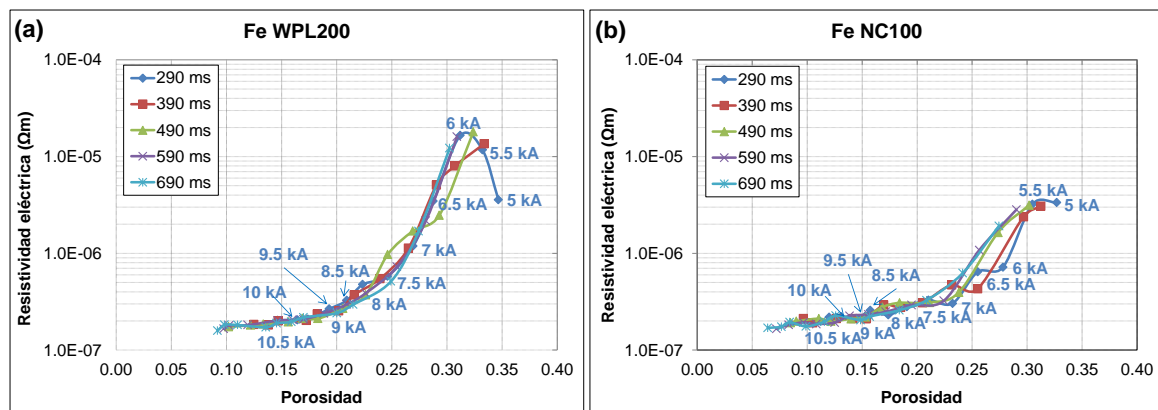


Figura 6.18. Resistividad eléctrica en función de la porosidad de los compactos de a) Fe WPL100, y b) Fe NC100; fabricados por SRE-MF empleando una presión de 80 MPa. Valores representados por series de tiempo de sinterización.

Como resumen de los resultados presentados y justificados hasta ahora de los compactos de hierro, se puede decir que, en primer lugar, la evolución de la porosidad y la resistividad de los compactos de Fe NC100, al variar las condiciones de sinterización (intensidad y tiempo), es más uniforme respecto al Fe WPL200.

Asimismo, en el apartado 6.3 se ha comprobado que el comportamiento del polvo durante su consolidación mediante SRE-MF es, en general, similar para ambos polvos. En el caso del Fe NC100, la altura de la columna de polvo y la porosidad global disminuyen

más rápidamente, lo cual es debido simplemente a su menor densidad inicial. No obstante, para iguales condiciones de sinterización, la densificación alcanzada para los compactos con dicho polvo ha resultado ligeramente mayor, consecuencia de su mayor tamaño medio de partícula. Por otro lado, se ha comprobado que, para los dos polvos de hierro, se consigue una fácil regulación de la intensidad durante dicho periodo inicial de calentamiento.

Y, por último, aunque la ETE necesaria para la consolidación del hierro NC100 ha resultado ligeramente superior, queda por debajo de los 0.70 kJ/g en casi todos los casos, gracias a los cortos tiempos de sinterización utilizados con esta técnica.

6.4.4 Análisis estructural de los compactos

Tras la preparación metalográfica de las muestras (Capítulo 4, apartado 4.4.3.A), se llevó a cabo el estudio de las macrografías de todas ellas, así como de las micrografías de una serie de muestras seleccionadas.

A continuación se muestran los resultados de aquellas muestras más significativas, y que permiten explicar el efecto de las condiciones de sinterización en la estructura final de los compactos.

A. Macrografías

En las macrografías se han podido observar defectos superficiales y zonas con mayor porosidad, identificándose así cuales han sido los compactos mejor y peor consolidados. Las macrografías de los compactos de Fe WPL200 y Fe NC100 se recogen en la Tabla 6.3 (presión de 80 MPa), Tabla 6.4 (90 MPa) y Tabla 6.5 (100 MPa).

En primer lugar, para cualquiera de las presiones y los tiempos empleados, se observa que la consolidación de los compactos es mejor conforme se aumenta la intensidad de corriente, con una menor porosidad y los bordes mejor definidos. Así, los compactos peor consolidados con los dos tipos de hierro se han obtenido con la intensidad más baja (5.0 kA). En general, la consolidación de los compactos mejora de forma apreciable a partir de aproximadamente 7.0 kA; aunque el acabado superficial comienza a ser aceptable para una intensidad superior o igual a 9.0 kA. Esto se corresponde con los resultados de porosidad obtenidos para estos compactos (Figura 6.12), y permite comprobar la mejor densificación de las piezas debido a la mayor temperatura alcanzada en el material durante su sinterización.

Tabla 6.3. Selección de macrografías (atacadas) de compactos de Fe WPL200 y Fe NC100 fabricados por SRE-MF, empleando una presión de 80 MPa.




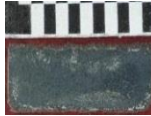









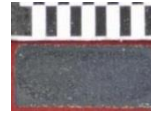

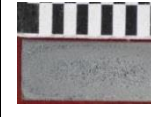


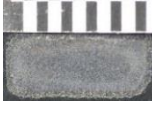
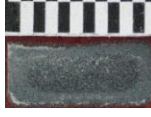




I2i	5.0 kA		7.0 kA		9.0 kA		10.5 kA	
ts2								
290 ms	Fe WPL200 80 5.0/290	Fe NC100 80 5.0/290	Fe WPL200 80 7.0/290	Fe NC100 80 7.0/290	Fe WPL200 80 9.0/290	Fe NC100 80 9.0/290	Fe WPL200 80 10.5/290	Fe NC100 80 10.5/290
								
490 ms	Fe WPL200 80 5.0/490	Fe NC100 80 5.0/490	Fe WPL200 80 7.0/490	Fe NC100 80 7.0/490	Fe WPL200 80 9.0/490	Fe NC100 80 9.0/490	Fe WPL200 80 10.5/490	Fe WPL200 80 10.5/490
								
690 ms	Fe WPL200 80 5.0/690	Fe NC100 80 5.0/690	Fe WPL200 80 7.0/690	Fe NC100 80 7.0/690	Fe WPL200 80 9.0/690	Fe NC100 80 9.0/690	Fe WPL200 80 10.5/690	Fe NC100 80 10.5/690
								

Tabla 6.4. Macrografías elegidas de las muestras atacadas de Fe WPL200 y Fe NC100 consolidadas con 90 MPa de presión.




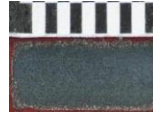

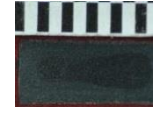
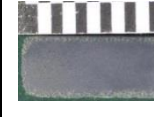

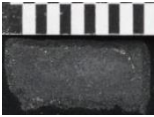

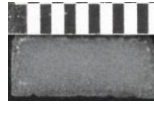


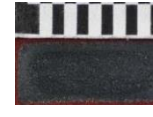
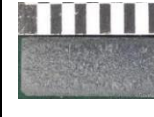

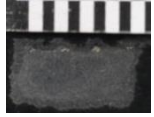





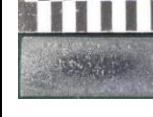

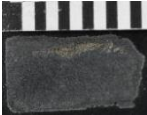

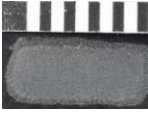







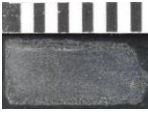





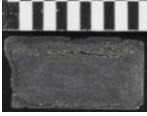





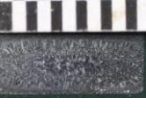

I2i	5.0 kA		7.0 kA		9.0 kA		10.5 kA	
ts2								
290 ms	Fe WPL200 90 5.0/290 	Fe NC100 90 5.0/290 	Fe WPL200 90 7.0/290 	Fe NC100 90 7.0/290 	Fe WPL200 90 9.0/290 	Fe NC100 90 9.0/290 	Fe WPL200 90 10.5/290 	Fe NC100 90 10.5/290 
490 ms	Fe WPL200 90 5.0/490 	Fe NC100 90 5.0/490 	Fe WPL200 90 7.0/490 	Fe NC100 90 7.0/490 	Fe WPL200 90 9.0/490 	Fe NC100 90 9.0/490 	Fe WPL200 90 10.5/490 	Fe NC100 90 10.5/490 
690 ms	Fe WPL200 90 5.0/690 	Fe NC100 90 5.0/690 	Fe WPL200 90 7.0/690 	Fe NC100 90 7.0/690 	Fe WPL200 90 9.0/690 	Fe NC100 90 9.0/690 	Fe WPL200 90 10.5/690 	Fe NC100 90 10.5/690 

Tabla 6.5. Conjunto de macrografías (atacadas) de los compactos de Fe WPL200 y Fe NC100 fabricados por SRE-MF, con 100 MPa de presión.

I2i	5.0 kA		7.0 kA		9.0 kA		10.5 kA	
ts2								
290 ms	Fe WPL200 100 5.0/290	Fe NC100 100 5.0/290	Fe WPL200 100 7.0/290	Fe NC100 100 7.0/290	Fe WPL200 100 9.0/290	Fe NC100 100 9.0/290	Fe WPL200 100 10.5/290	Fe NC100 100 10.5/290
								
490 ms	Fe WPL200 100 5.0/490	Fe NC100 100 5.0/490	Fe WPL200 100 7.0/490	Fe NC100 100 7.0/490	Fe WPL200 100 9.0/490	Fe NC100 100 9.0/490	Fe WPL200 100 10.5/490	Fe NC100 100 10.5/490
								
690 ms	Fe WPL200 100 5.0/690	Fe NC100 100 5.0/690	Fe WPL200 100 7.0/690	Fe NC100 100 7.0/690	Fe WPL200 100 9.0/690	Fe NC100 100 9.0/690	Fe WPL200 100 10.5/690	Fe NC100 100 10.5/690
								

Además, es destacable la porosidad que presentan los compactos fabricados con menores intensidades (entre 5.0 y 6.0 kA), principalmente en los bordes, siendo esto más notable en el caso del Fe WPL200. Como ejemplo, en la Figura 6.19a se ha incluido la macrografía de un compacto con una alta porosidad, donde era inevitable la rápida oxidación de estas muestras tras su preparación metalográfica.

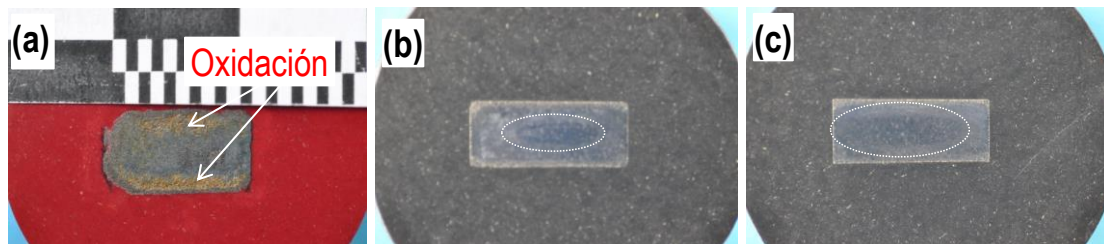


Figura 6.19. a) Detalle de la oxidación de una muestra, con mayor porosidad (Fe WPL200 80 5.0/290), tras su preparación metalográfica. Marca ovalada en el interior de compactos, en macrografías del b) Fe WPL200 80 10.5/490, y c) Fe WPL200 80 10.5/690.

Por otro lado, para las mayores condiciones de intensidad y tiempo de sinterización, en las macrografías se observa la formación de un óvalo en el interior del compacto. Aparece para intensidades a partir de 7.0 kA, y, a medida que se aumenta la intensidad y/o el tiempo de sinterización, crece desde el interior hacia la superficie del compacto, debido a la mayor temperatura alcanzada en esta zona durante el proceso de consolidación. Así, para los compactos fabricados con 10.5 kA, se puede ver cómo aumenta el tamaño de este óvalo entre las macrografías de los compactos Fe WPL200 80 10.5/490 (Figura 6.19b) y Fe WPL200 80 10.5/690 (Figura 6.19c). Esta marca indica una posible transformación de fase o crecimiento de grano en la zona interior de las piezas, además de una menor porosidad respecto a la zona exterior del óvalo, apreciable a escala macroscópica.

Asimismo, este núcleo en forma de óvalo se hace más notable al aumentar la presión a 90 MPa, tal y como se observa en la macrografía de la muestra Fe WPL200 90 10.5/690 (Tabla 6.4). Al aumentar la presión, se facilita el proceso de consolidación, de forma que este tiene lugar más rápidamente. Entonces, hasta que termina el tiempo de sinterización, se alarga el tiempo durante el cual la corriente eléctrica pasa a través de la pieza ya consolidada, pudiendo provocar un mayor calentamiento en su interior. De hecho, para 100 MPa de presión, la marca llega a ocupar prácticamente toda la sección interior en la macrografía de la muestra Fe WPL200 100 10.5/690 (Tabla 6.5).

Es con la intensidad máxima empleada, 10.5 kA, con la que se han obtenido los compactos mejor consolidados. La porosidad de estos compactos es prácticamente nula,

además de presentar un casi perfecto acabado de los bordes. Sin embargo, las macrografías de estos compactos revelan, en algunos casos, un aparente cambio de microestructura. Esto se observa, por ejemplo, en la macrografía del compacto Fe WPL200 100 10.5/690 (Figura 6.20).

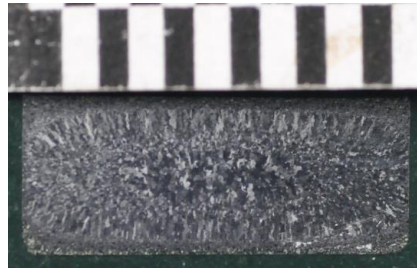


Figura 6.20. Detalle del cambio macroestructural en la sección de compactos sinterizados con mayores intensidades y tiempos. Macrografía correspondiente al Fe WPL200 100 10.5/690.

En cuanto al tiempo de sinterización, las macrografías también presentan un mejor acabado en los bordes conforme se incrementa esta variable, aunque en menor medida que con el aumento de la intensidad. Como ejemplo, en la macrografía del Fe WPL200 80 9.0/290 (Tabla 6.3) se puede ver una fina capa de porosidad en la zona de exterior de la sección. Este defecto superficial, observado en la mayoría de los compactos fabricados con el menor tiempo ts_2 (290 ms), se reduce al aumentar este tiempo al valor máximo empleado, por la mayor ETE aportada durante el proceso de sinterización. Este efecto se puede ver, por ejemplo, comparando las macrografías de las muestras de Fe WPL200 80 9.0/290 y Fe WPL200 80 9.0/690 (Figura 6.21).

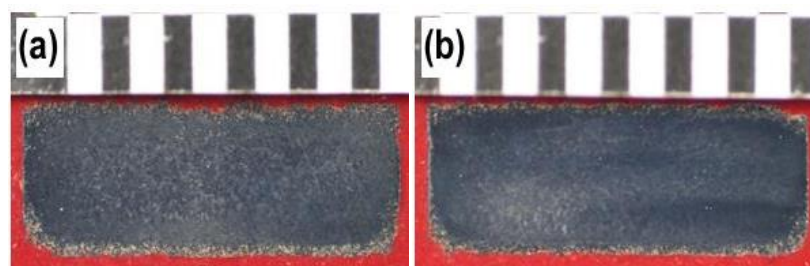


Figura 6.21. Macrografías de los compactos a) Fe WPL200 80 9.0/290 y b) Fe WPL200 80 9.0/690.

Por el contrario, no es tan notable el efecto de la presión de compactación. No obstante, comparando macrografías de las tres tablas, en algunos casos se aprecia cierta mejora en la consolidación al aumentar la presión. Por ejemplo, en las macrografías de los com-

pactos fabricados con las condiciones de 5.0/290, 5.0/490 y 5.0/690, al utilizar presiones de 90 MPa (Tabla 6.4) y 100 MPa (Tabla 6.5), se puede ver una leve mejora respecto a la presión más baja (80 MPa, Tabla 6.3); principalmente, se observa una reducción de la porosidad superficial.

Por último, comparando las macrografías de compactos de los dos tipos de hierro, para iguales condiciones de fabricación mediante SRE-MF, se puede ver que los compactos de Fe NC100 presentan una densificación levemente mejor: menor porosidad y, principalmente, mejor acabado en los bordes. Este hecho se corresponde con los valores de porosidad obtenidos, que han resultado ligeramente más bajos para dicho material (apartado 6.4.2).

B. Micrografías

Con el fin de aclarar los aspectos que se han detectado del análisis macrográfico de las piezas fabricadas, así como del comportamiento de las diferentes variables que se han estudiado hasta ahora (porosidad, resistividad y energía térmica específica), se ha llevado a cabo el estudio microestructural de una serie de muestras seleccionadas.

En primer lugar, se ha estudiado la influencia de la cantidad de energía térmica específica aportada durante el proceso de fabricación de un compacto mediante SRE-MF. Para ello, se han obtenido imágenes de microscopía óptica de la muestra sinterizada con el menor aporte de energía (compactos 5.0/290). Asimismo, se han obtenido las imágenes de muestras fabricadas con una ETE intermedia, y de la muestra fabricada con el mayor aporte de ETE (compactos 10.5/690). El conjunto de muestras estudiadas en el microscopio óptico se indica en la Figura 6.22a. Esto se ha llevado a cabo para las tres presiones de compactación empleadas.

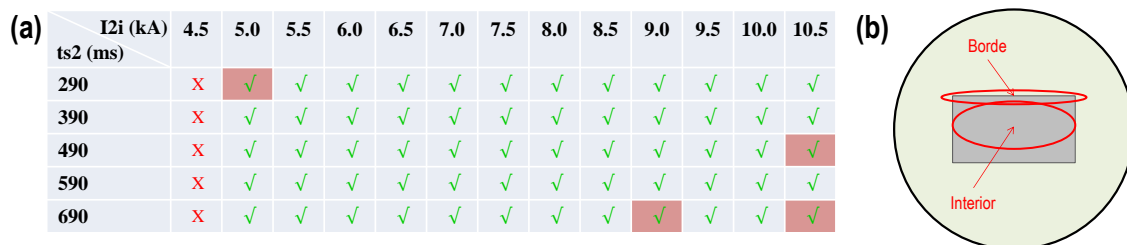


Figura 6.22. a) Selección de muestras de hierro estudiadas en el microscopio óptico, para cada una de las tres presiones de compactación; y b) esquema de las diferentes zonas que han sido observadas.

Además, se han tomado imágenes tanto del centro como de los bordes de las muestras, correspondientes al interior y las superficies planas del compacto, tal y como se muestra en el esquema de la Figura 6.22b.

Efecto de las condiciones de intensidad y tiempo de sinterización

En las siguientes figuras se muestran las micrografías de los compactos de Fe WPL200 y Fe NC100 fabricados con las condiciones de intensidad y tiempo de sinterización: 5.0/290, Figura 6.23; 9.0/690, Figura 6.24; y 10.5/690, Figura 6.25. El efecto de intensidad y tiempo de sinterización ha resultado similar para las tres presiones de compactación empleadas, por lo que se han incluido únicamente las imágenes correspondientes a la presión de 100 MPa.

En primer lugar, comparando las micrografías de las tres figuras, se puede ver que los compactos obtenidos presentan menos porosidad a medida que se aumenta la intensidad y el tiempo de sinterización; es decir, al aumentar la ETE aportada durante el proceso de consolidación. Esto también explica la mejora del acabado superficial de los compactos con el incremento de I_{2i} y t_{s2} , lo cual ya se pudo apreciar en el estudio macrográfico de las muestras (apartado 6.4.4.A).

Por otro lado, se ha observado que la consolidación es mejor para los compactos de Fe NC100. Por ejemplo, para las condiciones mínimas de sinterización empleadas (5.0/290), las micrografías del Fe WPL200 muestran una peor consolidación de este compacto respecto a las del Fe NC100. La porosidad es notablemente mayor en la muestra de Fe WPL200, tanto en el interior (Figura 6.23a) como en el borde (Figura 6.23b), y se aprecia una mala unión entre las partículas de polvo.

Cuando se aumenta la intensidad a 9.0 kA y el tiempo a 690 ms, comparando con la micrografía del Fe WPL200 (Figura 6.24b), se puede ver que el compacto de Fe NC100 presenta un mejor acabado superficial (Figura 6.24d). Y, aunque el tamaño de los poros en el interior de esta muestra parece ser mayor (Figura 6.24c), el número de poros es, cualitativamente, menor que para el Fe WPL200 (Figura 6.24a). De hecho, la porosidad medida para el compacto Fe NC100 100 9.0/690 era del 8.9%, frente al 11.9% del Fe WPL200 100 9.0/690 (Figura 6.12).

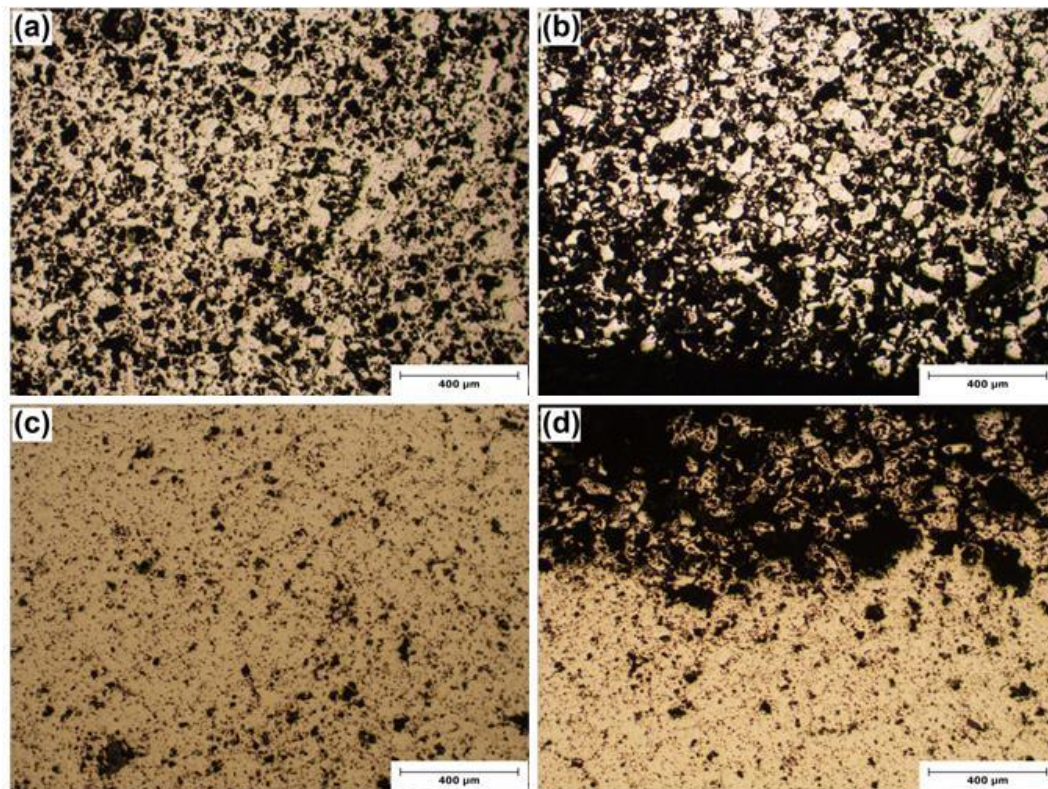


Figura 6.23. Micrografías ópticas de las muestras (pulidas) a) y b) Fe WPL200 100 5.0/290, c) y d) Fe NC100 100 5.0/290. Imágenes de la zona interior (izquierda) y el borde (derecha).

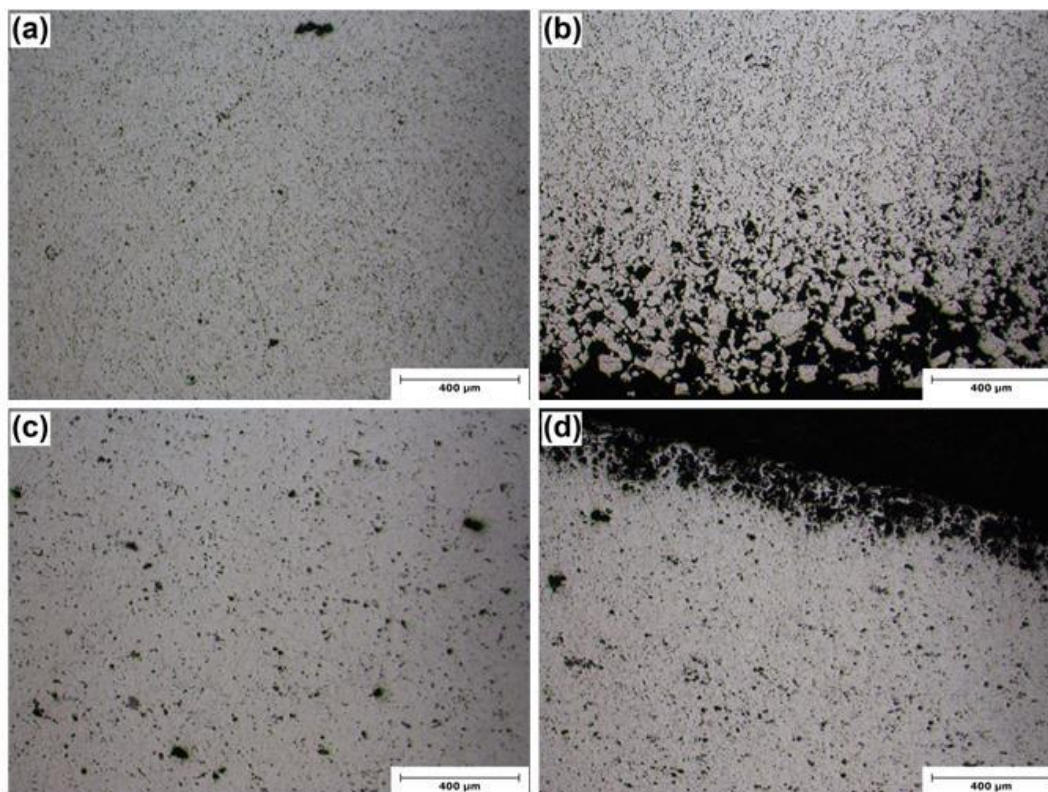


Figura 6.24. Imágenes de microscopía óptica de las muestras pulidas, en la zona interior (izquierda) y el borde (derecha), para los compactos a) y b) Fe WPL200 100 9.0/690, c) y d) Fe NC100 100 9.0/690.

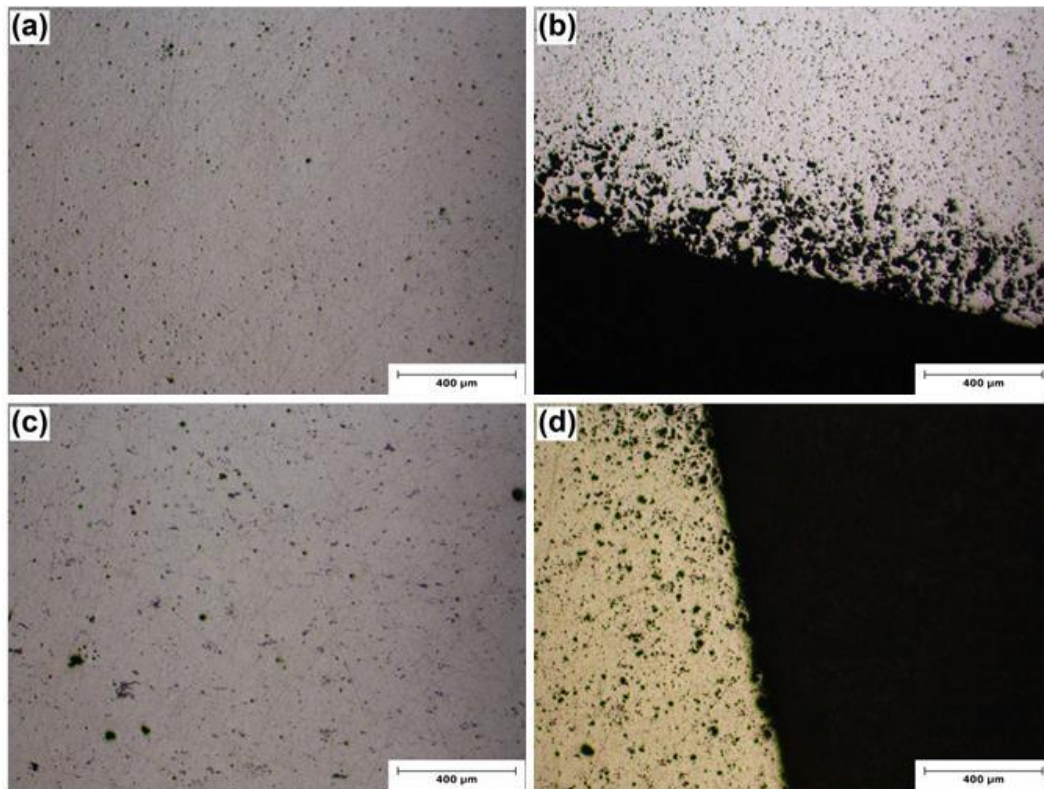


Figura 6.25. Micrografías ópticas de los compactos a) y b) Fe WPL200 100 10.5/690, c) y d) Fe NC100 100 10.5/690. Imágenes de las muestras pulidas en la zona interior, a la izquierda, y el borde, a la derecha.

Asimismo, para la mayor intensidad (10.5 kA), se puede ver que la muestra de Fe NC100 presenta los bordes mejor definidos (Figura 6.25d) que la del Fe WPL200 (Figura 6.25b). Y, al igual que antes, el compacto de Fe NC100 presenta una menor porosidad global (Figura 6.25c), pero con poros de mayor tamaño que la del Fe WPL200 (Figura 6.25a). Además, en el caso del Fe NC100, se ha podido comprobar que la porosidad presenta una distribución más homogénea en la sección completa de la pieza; mientras que, en los compactos de Fe WPL200, hay una mayor concentración de poros en zonas cercanas a la superficie.

Este efecto se puede explicar teniendo en cuenta el mayor tamaño medio de partícula del polvo de Fe NC100, con 130 μm frente a las 88 μm del Fe WPL200 (apartado 5.3, Capítulo 5). Los huecos entre las partículas de polvo de Fe NC100 serán de mayor tamaño, de forma que, cuando alguno de estos huecos no llega a eliminarse por completo durante el proceso de sinterización, quedará un poro de mayor tamaño en la pieza final, respecto a los que pueden quedar en el caso del Fe WPL200. No obstante, la densificación global alcan-

zada ha sido ligeramente mayor para los compactos del Fe NC100, tal y como ha quedado justificado en los apartados 6.3.3 y 6.4.2.

Además de la distribución de porosidad, es importante estudiar la microestructura de los compactos, con el objetivo principal de comprobar si se ha producido un excesivo crecimiento del tamaño de grano durante su proceso de consolidación. Teniendo en cuenta todos los resultados presentados hasta este punto, se ha decidido analizar la microestructura de los compactos obtenidos con las siguientes combinaciones de $I2i/ts2$: 9.0/690 (Figura 6.26a y b), por tratarse de un caso intermedio, 10.5/490 (Figura 6.26c y d), por ser los compactos con la mejor combinación de porosidad y ETE, y 10.5/690 (Figura 6.26e y f), por permitir una mejor consolidación de las piezas.

Comparando las microestructuras obtenidas para diferentes condiciones de sinterización, se puede ver que el tamaño de grano de los compactos crece al aumentar la intensidad y el tiempo ($I2i/ts2$) empleados en su consolidación mediante SRE-MF, aunque esta variación no ha sido excesiva en ninguno de los casos. Así, para los compactos de Fe WPL200, el tamaño medio de grano ha resultado de 30.8 μm para el compacto 100 9.0/690, de 40.1 μm para el 100 10.5/490, y de 39.3 μm para el 100 10.5/690. En el caso del Fe NC100, estos valores han sido de 17.5, 18.4 y 29.5 μm respectivamente. Dichos valores han resultado inferiores a los obtenidos con el Fe WPL200, lo cual se explica, principalmente, por el menor tamaño medio de grano del polvo de partida (15.0 μm del Fe NC100 frente a 28.1 μm del Fe WPL200; apartado 5.4.1, Capítulo 5).

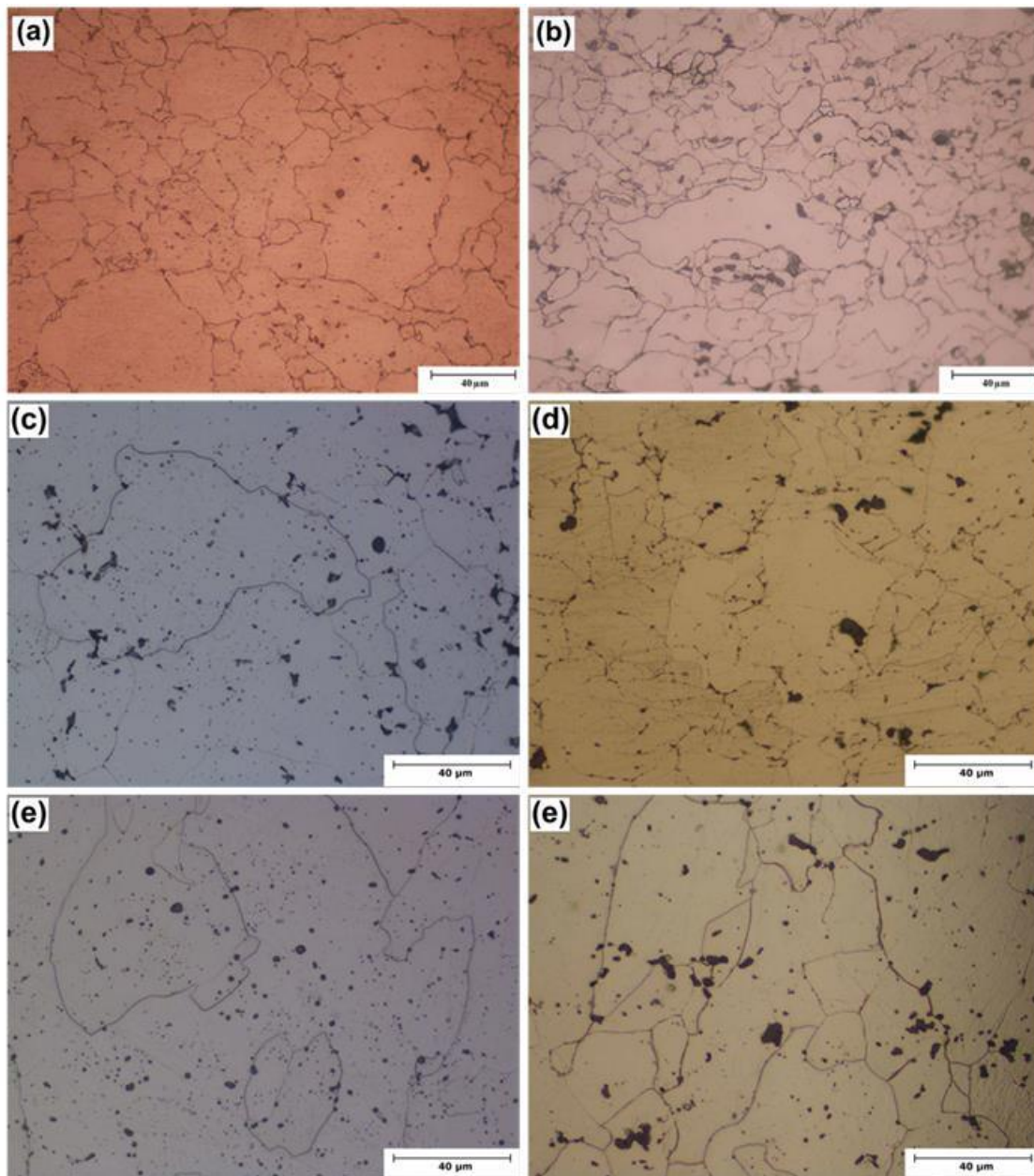


Figura 6.26. Microestructura del interior de los compactos de Fe WPL200 (izquierda) y Fe NC100 (derecha), consolidados aplicando una presión de 100 MPa, y diferentes combinaciones de intensidad y tiempo: a) y b) 9.0/690, c) y d) 10.5/490, e y f) 10.5/690.

Efecto de la presión de compactación

Se ha analizado el efecto de la presión de compactación en la microestructura final de los compactos. Para ello, se han seleccionado muestras fabricadas con las mismas condiciones de intensidad y tiempo de sinterización, únicamente variando la presión de compactación aplicada.

En general, al aumentar la presión, la porosidad disminuye ligeramente, ya que se facilita el proceso de unión de las partículas de polvo durante el sinterizado. Esta variación es

más notable en las muestras consolidadas con menores condiciones de I_{2i}/ts_2 , sin embargo, no se ha profundizado en estos casos, ya que dichas muestras presentan peores resultados (porosidad y resistividad, así como sus propiedades mecánicas). En la Figura 6.27 se muestran, como ejemplo significativo, las micrografías ópticas de los compactos de Fe WPL200 y Fe NC100 fabricados con las condiciones de sinterización máximas (10.5/690), para las tres presiones empleadas.

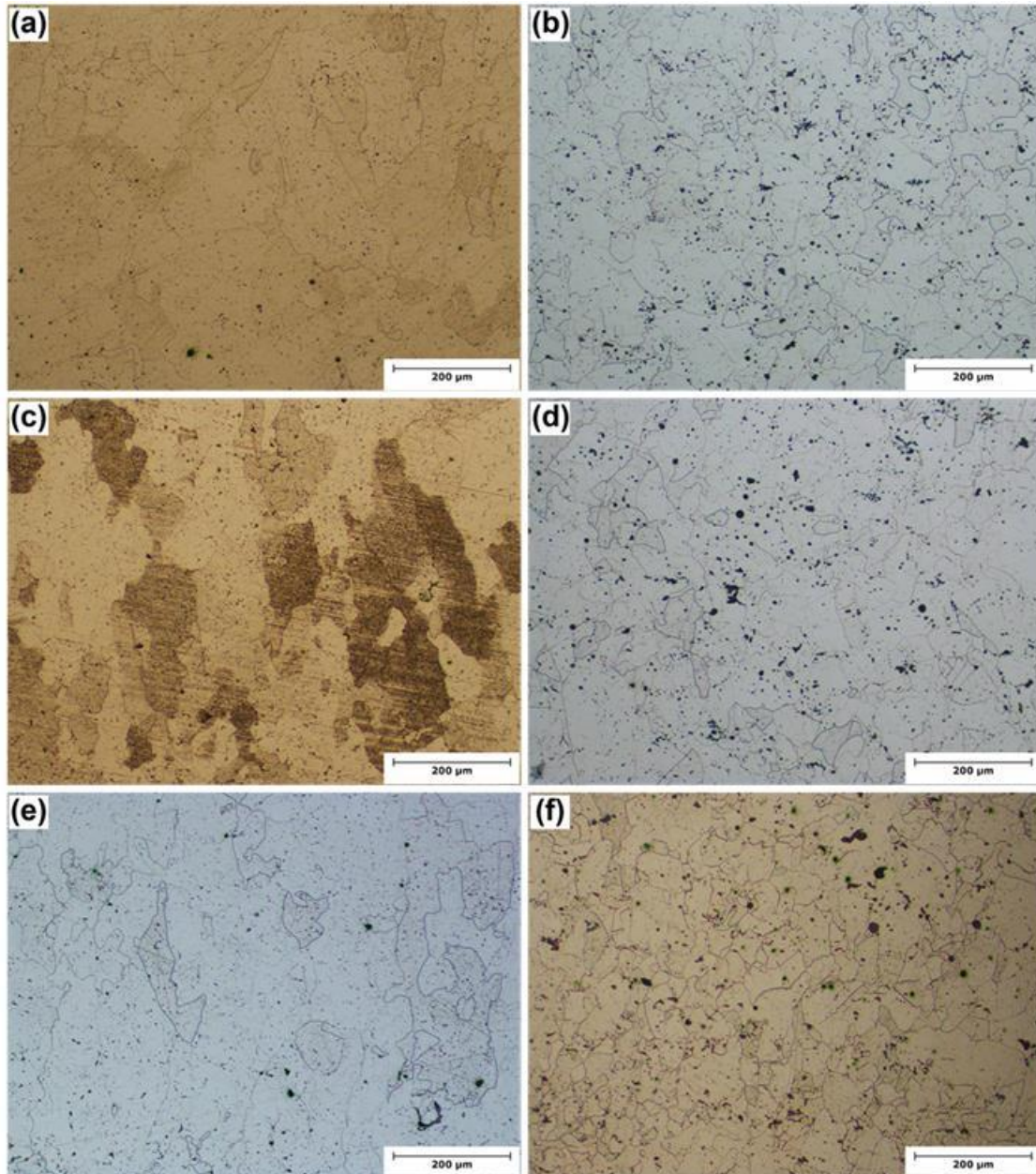


Figura 6.27. Microestructura en el interior de los compactos fabricados con $I_{2i} = 10.5$ kA y $ts_2 = 690$ ms, y con presiones de a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa. En cada caso, la imagen a la izquierda corresponde al Fe WPL200, y a la derecha el Fe NC100.

En la Figura 6.27 se observa que, al aumentar la presión de compactación aplicada durante la consolidación por SRE-MF, la cantidad de porosidad de las muestras no varía de forma importante. Tal y como se puede ver en las micrografías, esto ocurre para los dos tipos de hierro, y se corresponde con los resultados presentados en el apartado 6.4.2 (porosidades de 9.2, 8.2 y 7.9% para los compactos de Fe WPL200 fabricados con las presiones de 80, 90 y 100 MPa, respectivamente; y de 6.4, 6.0 y 5.3% para el Fe NC100). También, se ha comprobado que dicha porosidad está distribuida de forma más o menos uniforme en toda la sección del compacto.

En el caso del Fe NC100, se observa una menor cantidad de poros, aunque estos son, cualitativamente, de mayor tamaño respecto a los del Fe WPL200, incluso con la mayor presión (Figura 6.27f). Debido al mayor tamaño de partícula del polvo de Fe NC100, los huecos entre dichas partículas son mayores. Entonces, cuando alguno de estos huecos no llegue a eliminarse por completo durante la sinterización, quedará un poro de mayor tamaño en la pieza final respecto a los observados para el Fe WPL200. No obstante, el porcentaje de porosidad total de las piezas ha sido ligeramente menor para el Fe NC100, tal y como ha quedado justificado en los apartados anteriores.

Por último, es importante evaluar la variación del tamaño de grano del compacto final obtenido con la presión de compactación aplicada durante el proceso de sinterización.

Para el Fe WPL200 se observa que, al aumentar la presión no se produce una variación significativa del tamaño de grano en el interior del compacto. Así, el tamaño medio calculado para cada una de las muestras de Fe WPL200, consolidadas con 80, 90 y 100 MPa, ha sido de 35.8, 37.9 y 39.3 μm , respectivamente (Figura 6.27a, c y e). Se produce, por tanto, un ligero aumento de dicho tamaño medio, que puede ser consecuencia de alcanzarse una temperatura algo mayor en el interior de la pieza durante la sinterización. Tal y como se ha comentado anteriormente, al aplicar una mayor presión se acelera el proceso de densificación del polvo, de forma que, hasta el final del proceso de sinterización, sigue pasando la corriente eléctrica a través de la pieza ya consolidada, lo cual favorece el fenómeno de recristalización. En cualquier caso, dicha variación es del orden de pocas micras.

Y, para los compactos de Fe NC100, el tamaño medio ha sido similar para las tres presiones: de 29.7 μm para el compacto consolidado con 80 MPa (Figura 6.27b), 31.9 μm para 90 MPa (Figura 6.27d), y 29.5 μm para 100 MPa (Figura 6.27f). Por tanto, el estudio micrográfico parece indicar que el incremento de la presión no produce un aumento de la temperatura suficiente para favorecer el crecimiento de grano.

Como resumen del análisis estructural, se puede decir que los compactos de Fe NC100 presentan una mejor consolidación, con un mejor acabado superficial y una menor porosidad. Asimismo, se ha comprobado que el tamaño medio de grano es más pequeño en estos compactos.

6.4.5 Propiedades mecánicas

La caracterización de los compactos, en cuanto a sus propiedades mecánicas, se ha basado en los resultados obtenidos a través de los ensayos de microdureza Vickers y de compresión. El procedimiento experimental seguido para llevar a cabo estos ensayos se describe en los apartados 4.4.4 y 4.4.5 del Capítulo 4.

A. Microdureza

Para el ensayo de microdureza de los compactos de hierro, la carga empleada fue de 1 kg (HV 1), aunque en el caso de las muestras sinterizadas utilizando intensidades más bajas (5.0 y 6.0 kA), fue necesario disminuir la carga aplicada en la indentación a 0.3 kg (HV 0.3), al tratarse de muestras peor consolidadas. El patrón de posiciones utilizado consiste en cinco puntos de medida, tal y como muestra el esquema de la Figura 4.32 (apartado 4.4.5).

Distribución de microdureza en la sección de los compactos

Para el estudio de la distribución de microdureza en el interior de los compactos se han representado los resultados obtenidos en los cinco puntos en los cuales se llevó a cabo el ensayo. Al igual que se ha hecho para el análisis estructural (apartado 6.4.4), los resultados de microdureza que se presentan a continuación corresponden a una selección de muestras significativas, fabricadas con las condiciones de sinterización 5.0/690, 7.0/690, 9.0/690 y 10.5/690. Además, se ha incluido la muestra fabricada con la combinación 10.5/490, ya que, en el estudio de la evolución de la porosidad frente a la ETE, se comprobó que dichos parámetros representan una buena combinación.

En la Figura 6.28 se muestran los resultados obtenidos para los dos tipos de hierro, Fe WPL200 y Fe NC100, para las tres presiones de trabajo.

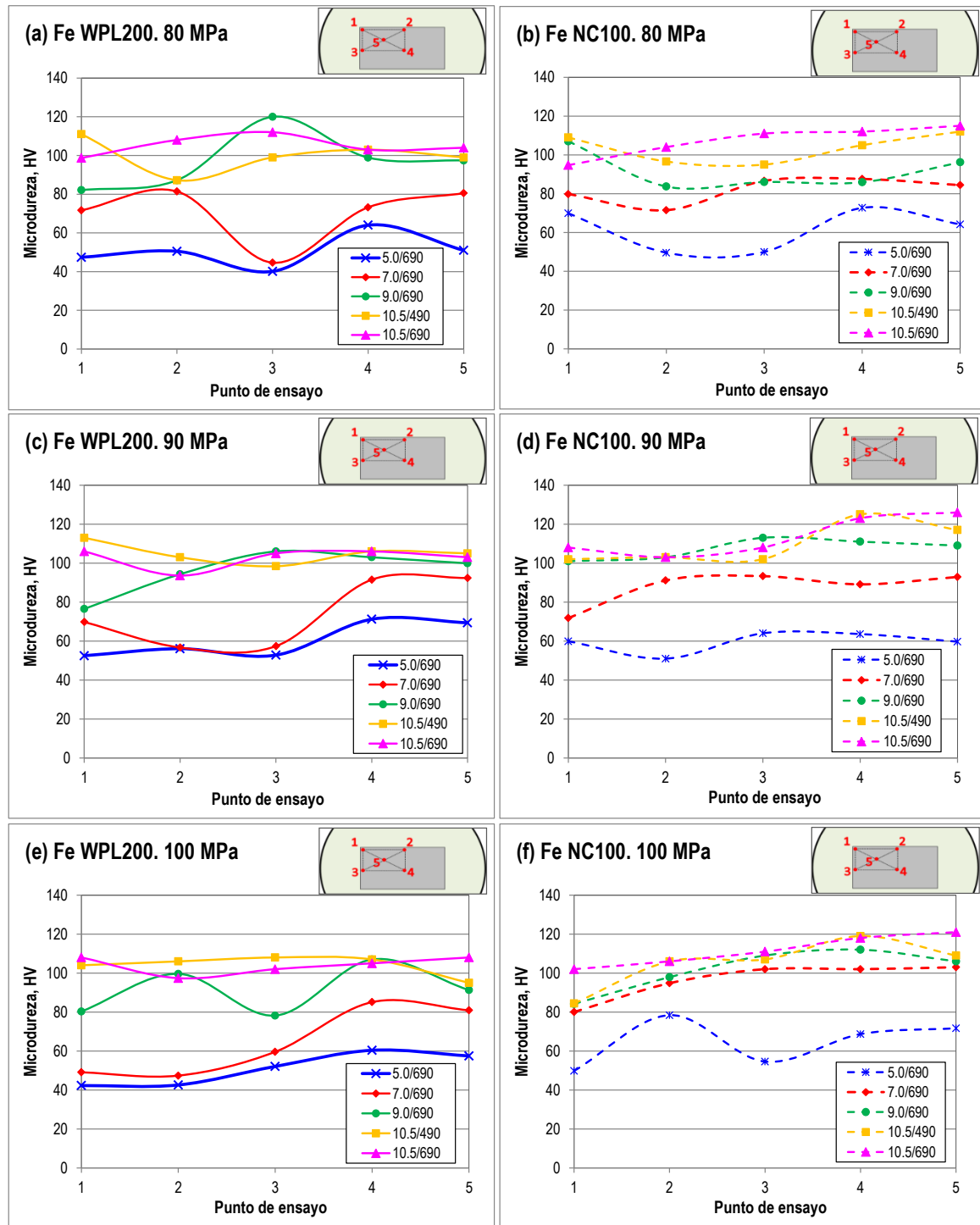


Figura 6.28. Distribución de dureza de los compactos fabricados con las condiciones de I_2i/ts_2 : 5.0/690, 7.0/690, 9.0/690, 10.5/490 y 10.5/690; y para las presiones de a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa. Resultados para el Fe WPL200 (izquierda) y Fe NC100 (derecha).

En las gráficas se observa que, en general, la dureza es algo menor en los puntos 1 y 2 de las muestras, es decir, en las superficies planas de los compactos. Esta diferencia de dureza se aprecia sobre todo para las condiciones de sinterización de 5.0/690 y 7.0/690, ya que el acabado superficial de las piezas era deficiente, por lo que la unión de las partículas

no es tan fuerte como en el interior de la pieza (puntos 3, 4 y 5). De hecho, en el anterior análisis estructural se ha comprobado la mayor porosidad en la superficie de estas muestras. Incluso, a veces ha sido difícil encontrar una zona sin poros sobre la cual realizar la indentación.

Tanto para dichas muestras, como para la 9.0/690, aparecen fluctuaciones en los resultados de dureza medidos en las diferentes zonas. En el caso del Fe NC100, al aumentar la presión hasta 90 y 100 MPa, y la intensidad a 9.0 kA, se consigue una distribución de microdureza mucho más homogénea en la sección del compacto (Figura 6.28d y f), mientras que para el Fe WPL200 es necesario aplicar una intensidad superior, 10.5 kA (Figura 6.28c y e). Esto es debido a la mejor consolidación de dichos compactos (menor porosidad y buena definición de los bordes), fabricados con un mayor aporte de energía térmica específica.

En el caso del Fe WPL200, los mejores resultados se obtienen con una presión de 100 MPa para la muestra 10.5/690 (Figura 6.28e). Esto se puede explicar teniendo en cuenta que la porosidad está distribuida de forma más uniforme en la sección de este compacto, y a que presenta un mejor acabado superficial, tal y como se ha visto en la Figura 6.27. No obstante, tanto la muestra 10.5/690 como la 10.5/490 presentan una distribución de microdureza aceptable para las presiones de 90 y 100 MPa, y serán tenidas en cuenta a la hora de evaluar de forma conjunta las propiedades de los compactos.

En el caso del Fe NC100, se obtiene una distribución de dureza aceptable para una mayor cantidad de muestras. Esto es debido a que, en general, las propiedades de los compactos finales (porosidad, microestructura y distribución de dureza) han resultado ser algo mejores que para el otro hierro.

Evolución de la microdureza de los compactos

La Figura 6.29 muestra los resultados del ensayo de dureza Vickers en la zona interior de los compactos (punto 4), para todos aquellos ensayados de los dos tipos de hierro. En cada gráfica se ha representado el valor de la microdureza HV en función del tiempo de sinterización (t_{s2}), para cada serie de intensidad de corriente eléctrica (I_{2i}) y las presiones empleadas.

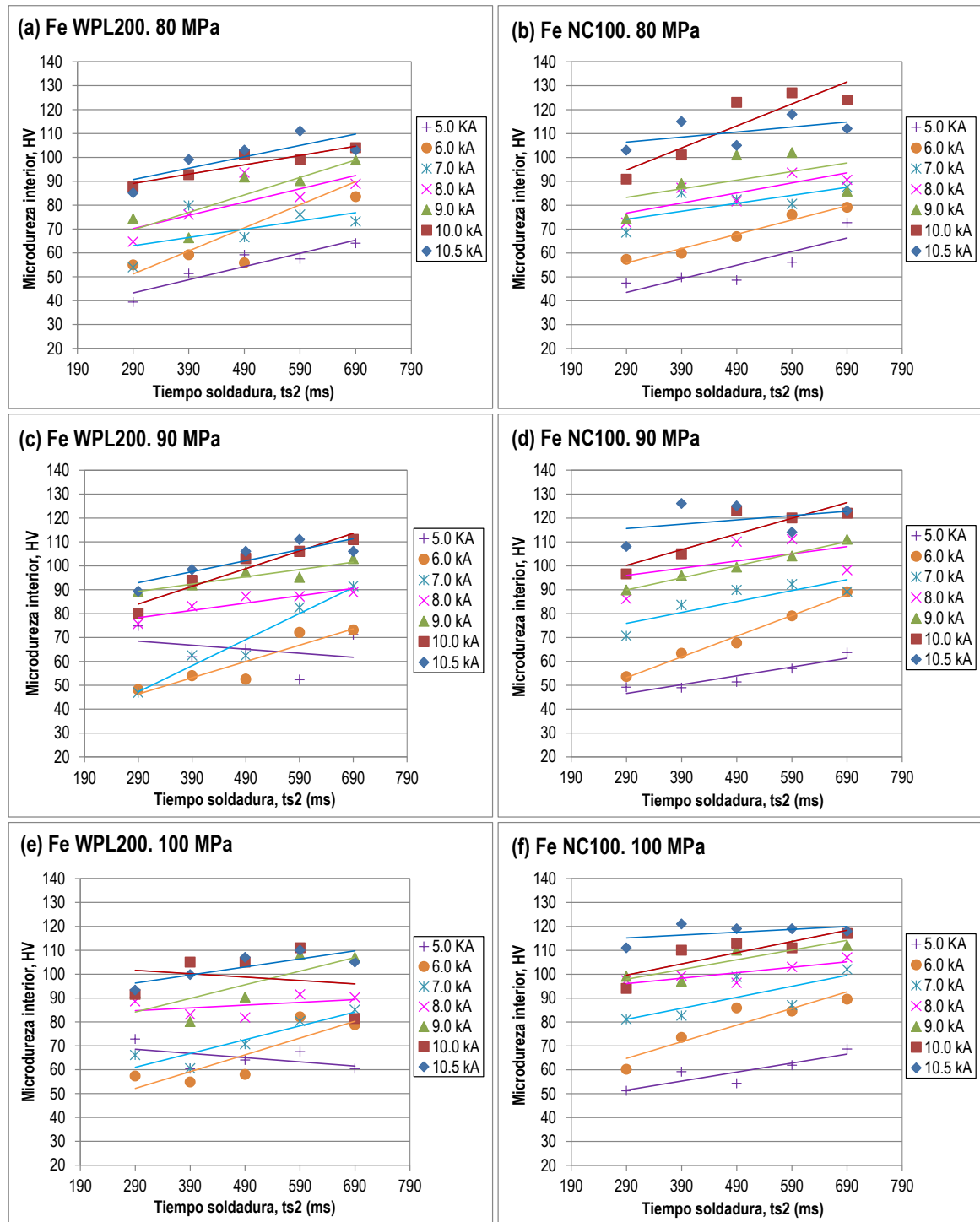


Figura 6.29. Microdureza en el interior, punto 4, de los compactos consolidados con presiones de a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa. Resultados para el Fe WPL200 (izquierda) y Fe NC100 (derecha), en función del tiempo y para diferentes series de intensidad.

En general, se observa que la microdureza en el interior del compacto aumenta conforme se incrementa la intensidad de corriente. Asimismo, para cada intensidad, se puede ver que la dureza interior es mayor al aumentar el tiempo de soldadura, sobre todo para las

intensidades más bajas. Esto es debido a la mejor consolidación del material, consecuencia de la mayor ETE aportada durante su proceso de sinterización.

En el caso del Fe NC100, el aumento de la dureza con el incremento de la intensidad de corriente es más notable, ya que se consigue una densificación de las piezas algo mejor que para el Fe WPL200. Por ejemplo, se han obtenido valores entre 63 y 73 HV 0.3 para las muestras 5.0/690 del Fe NC100 obtenidas con las tres presiones; aumentando la dureza, para las muestras 10.5/690, hasta valores de 112-123 HV 1. Esta variación ha sido algo menor para el Fe WPL200, con durezas de 60-71 HV 0.3 para los compactos 5.0/690 de las tres presiones, y de 103-105 HV 1 para los compactos 10.5/690.

Por otro lado, el efecto de la presión de compactación empleada en la microdureza de los compactos ha resultado ser menos importante, sobre todo para las muestras consolidadas con intensidades más altas. Se ha observado una ligera influencia en el caso del Fe NC100. En este caso, los valores más altos de la dureza interior se han obtenido con las presiones de 90 y 100 MPa (Figura 6.29d y f), lo cual se debe a la mayor densificación de dichas muestras, ya que, como se comprobó anteriormente, el tamaño de grano no varía considerablemente.

También se ha obtenido, para los mismos compactos de los dos tipos de hierro, la microdureza media o global, Figura 6.30. Se puede ver que, la influencia de modificar estos tres parámetros, es similar a la observada para las medidas de microdureza en el interior de los compactos: la microdureza media es mayor conforme se incrementa el valor de I_{2i} ; y también, aunque en menor medida, al incrementar ts_2 y la carga de compresión aplicada. Únicamente se aprecian desviaciones de esta tendencia para compactos peor consolidados (5.0 y 6.0 kA), lo cual se debe, principalmente, a la peor distribución de microdureza de estas muestras.

Estos valores de microdureza tienen en cuenta tanto el interior como los bordes de las muestras. Teniendo en cuenta la buena distribución de dureza obtenida para las muestras de hierro mejor consolidadas, se ha optado por considerar estos valores como medida de la dureza de los compactos en la evaluación final llevada a cabo en el apartado 6.4.6.

En general, se ha comprobado que los resultados de microdureza, tanto en el interior como el valor medio, obtenidos para el Fe NC100 son ligeramente superiores a los obtenidos para el Fe WPL200, lo cual es debido tanto a la mejor consolidación de este material, como al menor tamaño medio de grano de los compactos, tal y como se ha comprobado en los resultados presentados hasta ahora. Por ejemplo, la microdureza media e interior del

compacto Fe WPL200 90 10.5/690, ha sido de 103 y 106 HV 1, respectivamente; mientras que, en el caso del Fe NC100; se alcanzaron hasta 114 y 123 HV 1.

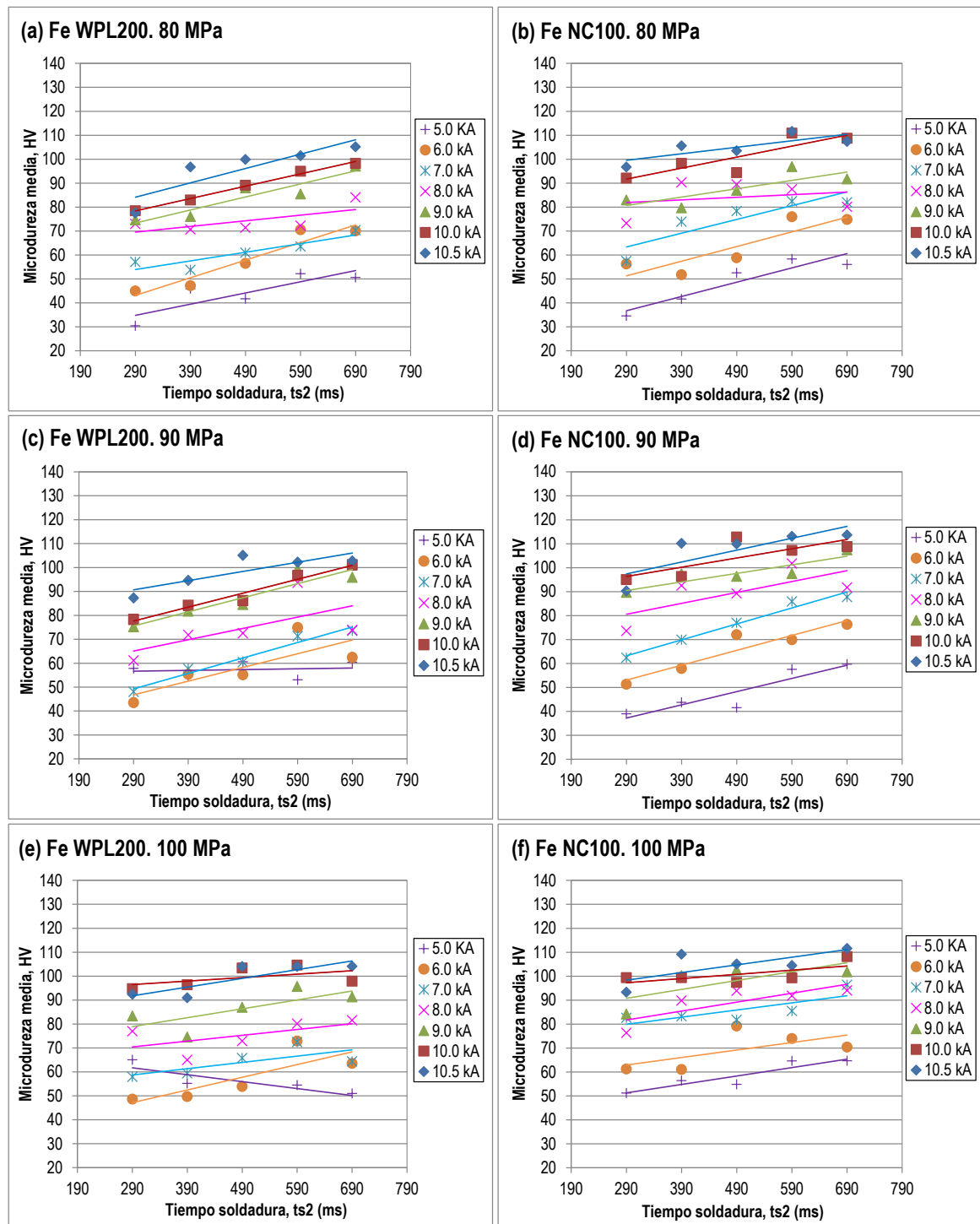


Figura 6.30. Microdureza HV media de los compactos fabricados por SRE-MF, con presiones de a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa. Resultados para el Fe WPL200 (izquierda) y Fe NC100 (derecha), en función de la intensidad y el tiempo de paso.

B. Ensayo de compresión

En este apartado se describen los resultados del ensayo de compresión de cada serie de muestras, analizando el efecto de variar las condiciones de intensidad y tiempo de sinterización, así como de la presión de compactación aplicada.

Efecto de las condiciones de intensidad y tiempo de sinterización

Se ha estudiado la influencia, en la resistencia mecánica a compresión del compacto final, de las condiciones de intensidad de corriente eléctrica y tiempo de sinterización utilizados en su proceso de fabricación mediante SRE-MF.

Al ser la evolución de las gráficas similar para las tres presiones de compactación aplicadas en la SRE-MF, se ha optado por representar únicamente los resultados obtenidos con 100 MPa, pudiéndose extender las conclusiones a las otras dos presiones (80 y 90 MPa). Asimismo, se han seleccionado las gráficas correspondientes a los compactos fabricados con 5.0, 7.0, 9.0 y 10.5 kA, ya que no existe un salto notable entre dichas series de muestras y las obtenidas con valores intermedios de I_{2i} (6.0, 8.0 y 10.0 kA). La Figura 6.31 muestra las gráficas obtenidas para los dos tipos de hierro. En estas gráficas se ha representado la evolución de la presión de compresión aplicada en el ensayo frente a la deformación experimentada por el compacto (porcentaje de deformación respecto a las dimensiones iniciales de la muestra: diámetro y altura).

En algunos casos no se alcanza el 50% de deformación, lo cual indica que la rotura de la pieza tenía lugar antes de que esta alcanzara el límite máximo fijado para el ensayo. Esto ha ocurrido, tanto para el Fe WPL200 como el Fe NC100, durante el ensayo de los compactos sinterizados con 5.0 y 6.0 kA (Figura 6.31a y b), debido a que son piezas con una mayor porosidad, tal y como se ha comprobado en el apartado 6.4.2. También rompieron antes del 50% de deformación algunos compactos fabricados con 7.0 y 8.0 kA; como, por ejemplo, las muestras: 7.0/290, 7.0/390, 7.0/390 y 7.0/690 (Figura 6.31c y d).

El resto de muestras alcanzaron el 50% de deformación sin llegar a romper, momento en el cual se dejó de aplicar carga y finalizó el ensayo. Esto ocurre para todas las muestras consolidadas con una intensidad superior o igual a 9.0 kA, para ambos tipos de hierro e independientemente de la presión y del tiempo de sinterización empleados en la sinterización (Figura 6.31e, f, g y h); y es debido a que se trata de muestras mejor consolidadas, con una menor porosidad, tal y como se ha comprobado en los apartados anteriores.

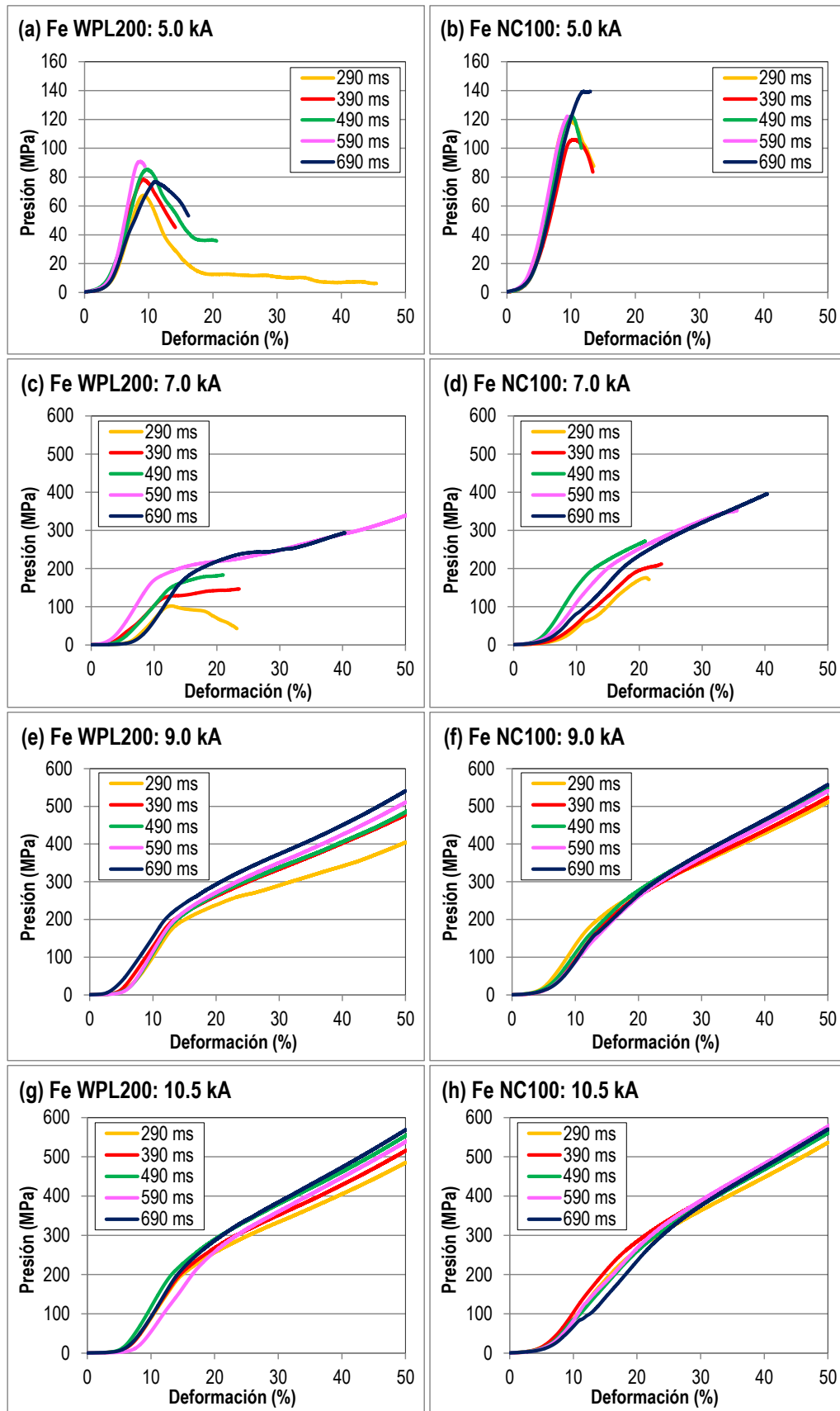


Figura 6.31. Ensayo de compresión de los compactos de Fe WPL200 (izquierda) y Fe NC100 (derecha) consolidados mediante SRE-MF con 100 MPa, y con intensidades de a) y b) 5.0 kA, c) y d) 7.0 kA, e) y f) 9.0 kA, g) y h) 10.5 kA. Resultados de presión frente a deformación, para los diferentes tiempos de sinterización.

En la Figura 6.32a se muestra un compacto que rompió durante el ensayo, alcanzando una deformación del 35%, para una carga de 150 MPa. Los trozos están sujetos por la cinta de teflón, en la que se han envuelto las piezas para estos ensayos. Asimismo, se han incluido imágenes de dos compactos deformados un 50% tras el ensayo, pero que no llegaron a romper, y cuyas resistencias, para el valor de deformación máximo, fueron de 540 MPa (Figura 6.32b) y 570 MPa (Figura 6.32c).

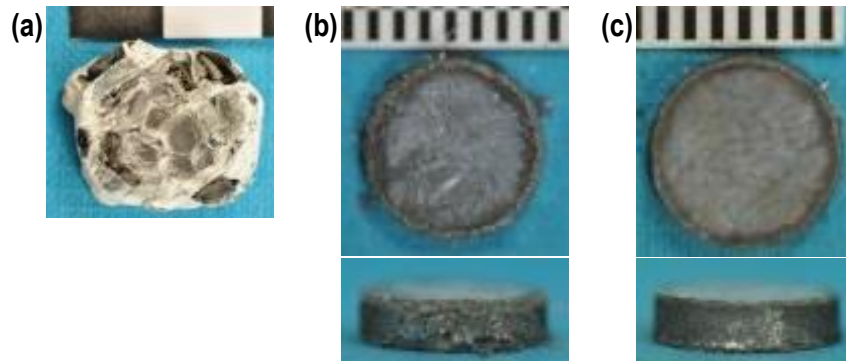


Figura 6.32. Imágenes, tras el ensayo de compresión, de los compactos a) Fe WPL200 90 6.0/490, roto durante el ensayo de compresión, b) Fe WPL200 100 9.0/690, y c) Fe WPL200 100 10.5/690, ambos con el 50% de deformación.

En cuanto a la resistencia a compresión de los compactos, se ha comprobado que es significativamente más baja para los compactos de las series consolidadas con intensidades menores, en particular, de 5.0 y 6.0 kA. Así, el límite de resistencia del compacto Fe WPL200 100 5.0/690 (Figura 6.31a) ha sido de 74 MPa, con una deformación final del 15%. Mientras, para el compacto Fe WPL200 100 7.0/690, se alcanzan los 290 MPa, para una deformación del 40% (Figura 6.31c). Esta resistencia aumenta, conforme se sigue incrementando la intensidad empleada en el proceso de sinterización, debido a la mayor densificación de las muestras. Así, se ha llegado a los 570 MPa para el compacto Fe WPL200 100 10.5/690 (Figura 6.31g).

En el caso del Fe NC100, se observa una evolución similar de la resistencia a compresión con la intensidad I_{2i} . No obstante, se ha observado que, para intensidades hasta los 9.0 kA, la resistencia de estos compactos es mayor que para los del Fe WPL200, debido a la mejor compactación del polvo de Fe NC100. Así, la resistencia de los compactos Fe NC100 100 5.0/690, Fe NC100 100 7.0/690 y Fe NC100 100 9.0/690 es de 140, 400 y 557 MPa, respectivamente (Figura 6.31b, d y f), frente a los 74, 290 y 540 MPa obtenidos para el Fe WPL200 sinterizado con las mismas condiciones (Figura 6.31a, c y e). Por contra, para las intensidades más altas, la resistencia de los compactos ha resultado del mismo

orden para ambos tipos de hierro, en torno a los 500-550 MPa, ya que se trata de muestras todas ellas bien consolidadas.

No es tan notable el efecto del tiempo de sinterización sobre el comportamiento de las muestras durante el ensayo. De hecho, solo se observan variaciones en el caso de las intensidades más bajas, debido a la peor consolidación de estas muestras. Para intensidades altas se obtienen piezas bien consolidadas, por lo que la resistencia alcanzada con los diferentes tiempos es prácticamente la misma. Así, en la Figura 6.31h se observa que la resistencia de la mayoría de los compactos es de aproximadamente 560 MPa.

Efecto de la presión de compactación

Para ver el efecto de variar la presión de compactación aplicada durante el proceso de fabricación por SRE-MF, se han seleccionado varias muestras significativas de cada una de las tres presiones empleadas: 5.0/690, 7.0/690, 9.0/690 y 10.5/690. En la Figura 6.33 se muestran los resultados obtenidos para los compactos de los dos tipos de hierro.

En general, el comportamiento durante el ensayo de compresión no parece verse influenciado de forma importante con la presión de compactación. Para los compactos consolidados con las condiciones mínimas y máximas de sinterización (5.0/290 y 10.5/690), la forma de la curva obtenida es similar para las tres presiones de compactación (80, 90 y 100 MPa), así como la resistencia máxima alcanzada resultó del mismo orden (Figura 6.33a y b). También se han incluido las gráficas correspondientes a intensidades de sinterización intermedias, 7.0/690 y 9.0/690 (Figura 6.33c y d), con el fin de mostrar que, efectivamente, la presión de consolidación no afecta de forma importante a la carga soportada por las diferentes muestras durante su ensayo hasta el 50% de deformación.

La única diferencia importante se observa en las gráficas del compacto 10.5/690 para el caso de 80 MPa, que alcanza una resistencia mayor respecto a las curvas obtenidas con las otras dos presiones (90 y 100 MPa). Esto ocurre con los dos tipos de hierro. Así, para el 50% de deformación final, la carga soportada por el compacto Fe WPL200 80 10.5/690 es de 720 MPa, y la del Fe NC100 80 10.5/690 de 655 MPa; mientras que, para las presiones de 90 y 100 MPa, resulta de aproximadamente 570 MPa, tanto para el Fe WPL200 como para el Fe NC100.

Tal y como se comprobó a través de las micrografías del apartado 6.4.4.B, para ambos tipos de hierro, el tamaño medio resultó similar para las tres presiones de compactación. Por tanto, no se puede suponer un fenómeno de crecimiento de grano para explicar la disminución en la resistencia a compresión de dichas muestras. No obstante, hay que con-

siderar que, al aplicar presiones de compactación mayores durante el proceso de consolidación de las piezas, se pueden introducir tensiones residuales en el interior de estas, disminuyendo así la presión máxima soportada durante el ensayo de compresión.

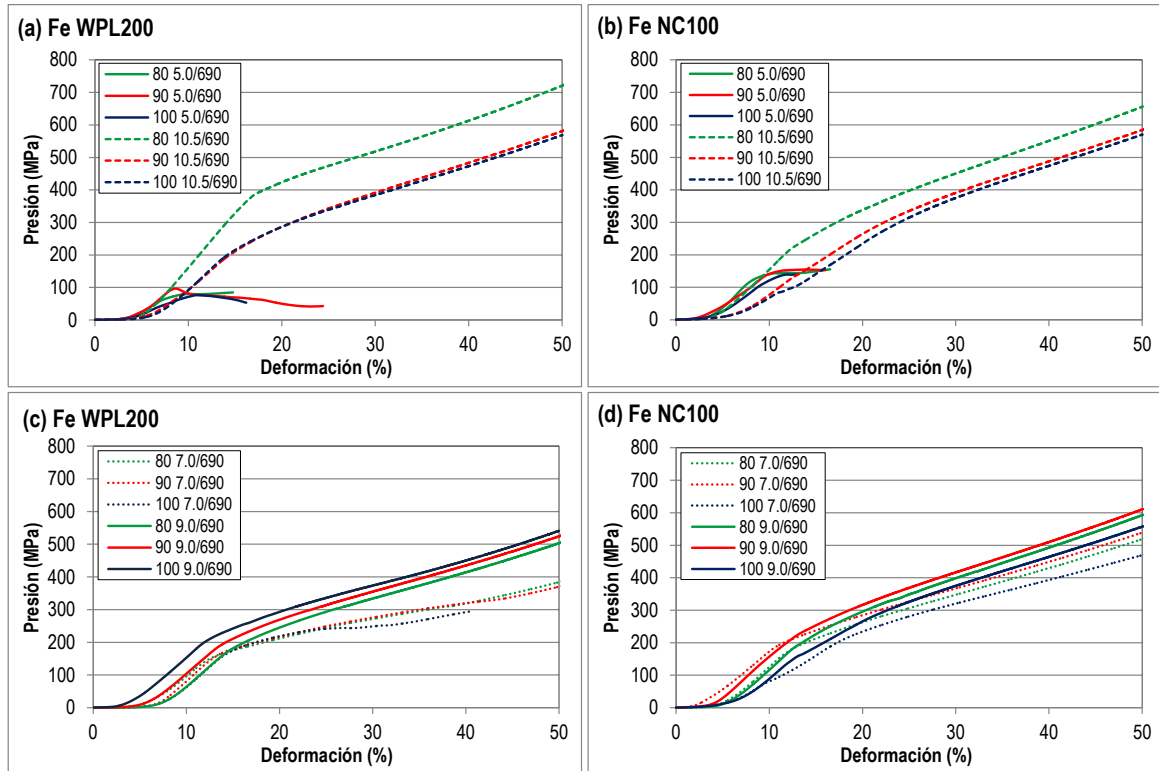


Figura 6.33. Ensayo de compresión de los compactos de Fe WPL200 (izquierda) y Fe NC100 (derecha) de las muestras a) y b) 5.0/690 y 10.5/690, c) y d) 7.0/690 y 9.0/690; para las diferentes presiones de compactación empleadas en la SRE-MF.

Por último, y para resumir las propiedades mecánicas de los compactos de hierro (microdureza y resistencia a compresión), se ha comprobado que, en general, la resistencia a compresión es similar para ambos tipos de hierro. No obstante, los resultados del ensayo de dureza Vickers han sido mejores en caso del Fe NC100: con una buena distribución de dureza en la sección de los compactos, además de alcanzarse valores más altos de microdureza respecto a los del Fe WPL200.

6.4.6 Evaluación general de resultados

Para terminar, se ha realizado un resumen de los diferentes resultados obtenidos, para la selección de las muestras consideradas más significativas, teniendo en cuenta todo lo visto en los anteriores apartados. Estas son las fabricadas con las combinaciones de intensidad y tiempo de sinterización 5.0/690, 7.0/690, 9.0/690, 10.5/490 y 10.5/690.

La Figura 6.34 muestra los valores obtenidos de porosidad, energía térmica específica, microdureza media, y resistencia máxima soportada a compresión, para los dos tipos de hierro estudiados.

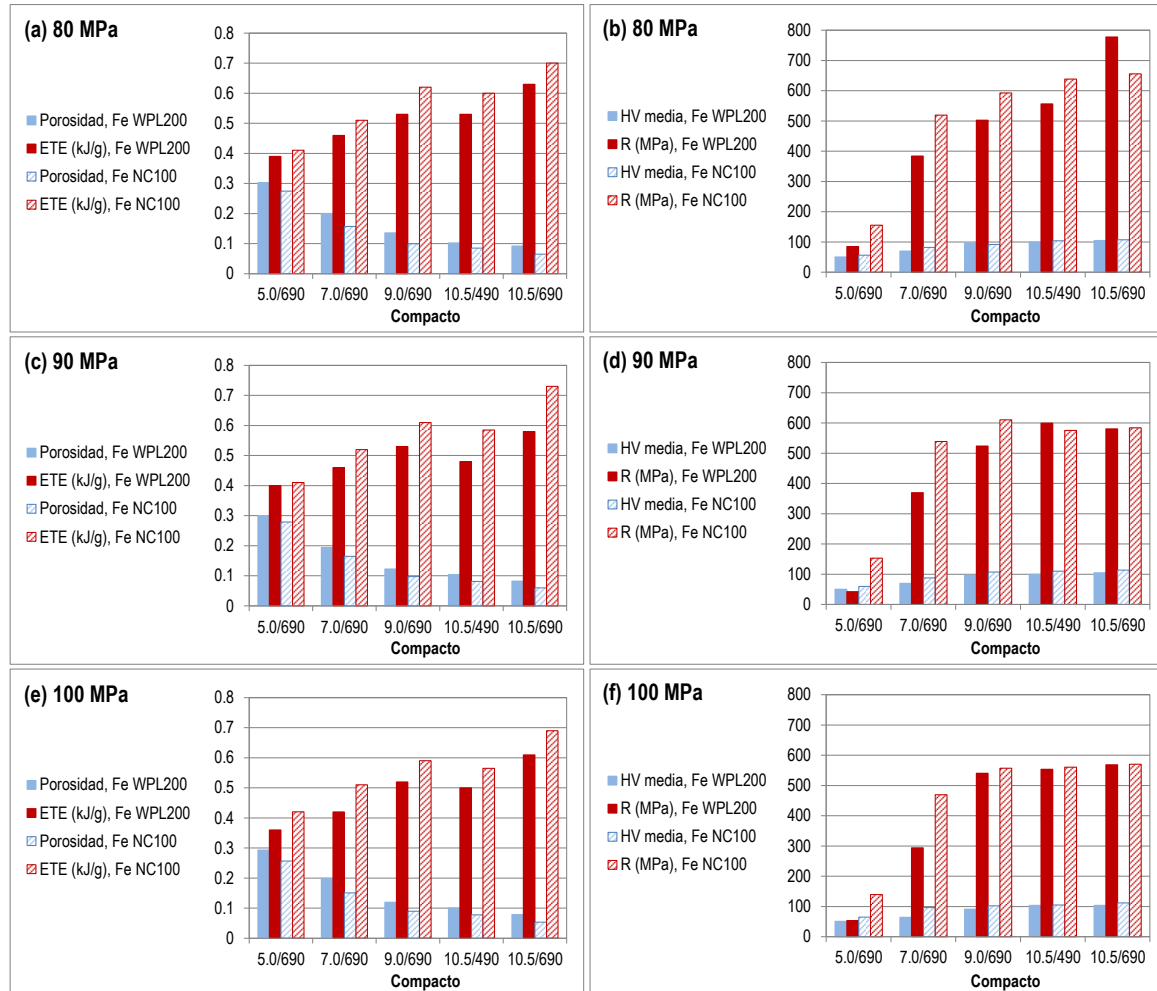


Figura 6.34. Resumen de resultados de los compactos de Fe WPL200 y Fe NC100, para cada presión de compactación: a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa. Valores de porosidad y ETE, a la izquierda; y microdureza HV media y resistencia a compresión, a la derecha.

En general, los mejores resultados se han obtenido para los compactos fabricados a partir del polvo de hierro NC100. En este caso, se observan una serie de muestras que reúnen las mejores combinaciones de resultados: Fe NC100 80 10.5/490 (Figura 6.34a y b), Fe NC100 90 10.5/690 (Figura 6.34c y d), Fe NC100 100 10.5/490 y Fe NC100 100 10.5/690 (Figura 6.34e y f).

Con el fin de definir los parámetros óptimos de consolidación mediante la técnica de SRE-MF para este material, se han representado estos resultados más significativos, com-

parando los obtenidos para dicha selección de muestras. Los valores se recogen en la Figura 6.35 y la Tabla 6.6.

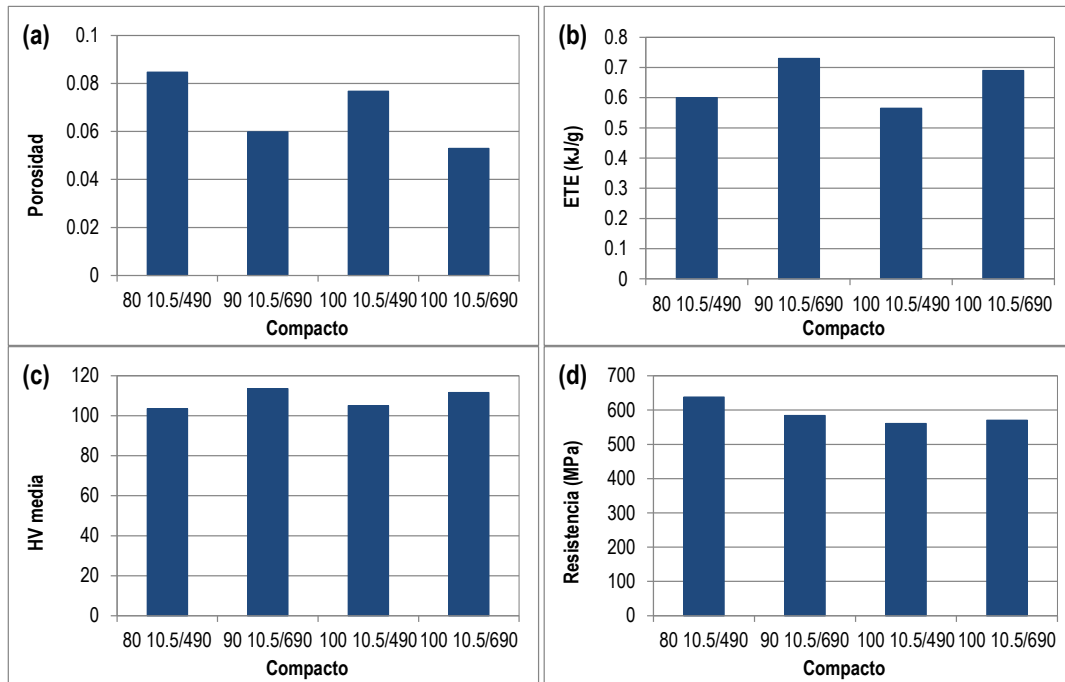


Figura 6.35. Resultados, para una selección de compactos de Fe NC100 fabricados mediante SRE-MF, de a) porosidad, b) ETE aportada durante la consolidación, c) microdureza HV media, y d) resistencia a compresión.

Los mejores resultados de porosidad se obtienen, tal y como cabía esperar, para las dos muestras consolidadas con el mayor aporte de ETE, que son los compactos Fe NC100 90 10.5/690 (6.0% y 0.73 kJ/g) y Fe NC100 100 10.5/690 (5.3% y 0.69 kJ/g), siendo esta última la que presenta una mejor combinación de ambos parámetros. Asimismo, son los compactos que presentan una mayor dureza, siendo, en este caso, ligeramente mayor para la primera muestra (114 frente a 105 HV 1).

Tabla 6.6. Resumen de resultados para la selección de los compactos de Fe NC100 fabricados mediante SRE-MF, con las mejores propiedades.

COMPACTO	80 10.5/490	90 10.5/690	100 10.5/490	100 10.5/690
Porosidad (%)	8.5	6.0	7.7	5.3
ETE (kJ/g)	0.6	0.73	0.57	0.69
HV media	104	114	105	112
Resistencia (MPa)	638	584	561	570

Por otra parte, la resistencia a compresión que presenta la muestra Fe NC100 80 10.5/490 (638 MPa) es mayor que la del Fe NC100 100 10.5/690 y el Fe NC100 90 10.5/690 (570 y 584 MPa, respectivamente). Esto puede explicarse, tal y como se ha descrito anteriormente, por la posible introducción de tensiones al aumentar la presión de compactación. Sin embargo, son muestras mejor consolidadas y con mejores resultados, en general, que las obtenidas con 80 MPa.

Finalmente, evaluando en conjunto de resultados, se puede considerar que los mejores resultados se obtienen con el Fe NC100, consolidado con presiones de 90 y 100 MPa, una intensidad, I_{2i} , de 10.5 kA, y el tiempo de paso, ts_2 , de 690 ms.

6.5 Compactos de aluminio AS61

6.5.1 Energía térmica específica

La energía térmica específica, ETE, aportada durante el proceso de consolidación mediante SRE-MF, se ha obtenido para cada uno de los compactos de aluminio AS61 fabricados mediante dicha técnica. En la Figura 6.36 se han representado los resultados en función de la intensidad (I_{2i}), y para los diferentes tiempos de sinterización (ts_2), correspondientes a las tres presiones de compactación.

En este caso, hay que recordar que, de las experiencias llevadas a cabo con la presión de 90 MPa y la intensidad de 7.5 kA, solo se tienen resultados hasta el tiempo de paso de 490 ms, debido a los problemas de soldadura que comenzaron a aparecer a partir de estas condiciones máximas de sinterización, tal y como explica en el apartado 6.1 de este capítulo. Asimismo, para la presión de 90 MPa y 8.0 kA, solo se han podido fabricar compactos con $ts_2 \geq 490$ ms; y lo mismo para 100 MPa, con 7.5 y 8.0 kA.

En primer lugar, se puede ver la variación de la ETE con el tiempo de sinterización. La ETE aumenta conforme se incrementa el valor de ts_2 , siendo este efecto más apreciable en el caso de las presiones de 90 y 100 MPa (Figura 6.36b y c). Por ejemplo, para 90 MPa, y una intensidad de 6.5 kA, la ETE aumenta desde 0.45 kJ/g para el tiempo mínimo utilizado, 290 ms, hasta 0.69 kJ/g para el máximo, 690 ms (Figura 6.36b).

No obstante, los resultados de la ETE en función de la intensidad son muy dispersos, sin una tendencia en su variación con dicho parámetro. Esto parece ser debido, tal y como se ha visto en el apartado 6.3.2, a la mayor resistividad eléctrica del óxido de aluminio. El equipo de soldadura, ante la capa altamente resistiva que rodea las partículas de este polvo,

aumenta la intensidad de corriente para conseguir romper dicha barrera, provocando un pico de intensidad mayor. Esto dificulta el proceso de regulación de la intensidad, disparando en algunos casos el valor de la ETE (calculada a partir del área bajo la curva de intensidad y tensión) y, por tanto, provocando la gran dispersión de resultados obtenidos.

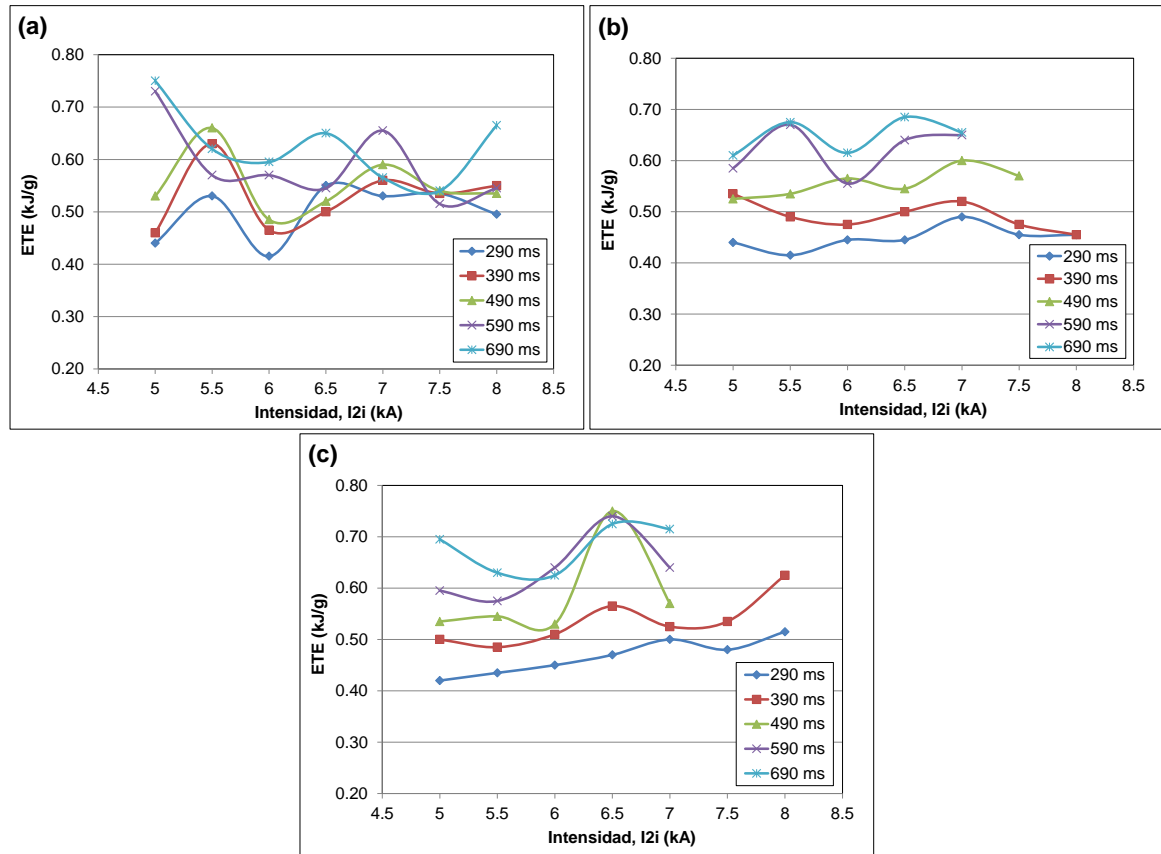


Figura 6.36. Resultados de ETE de los compactos de Al AS61 fabricados por SRE-MF, en función de la intensidad (I_{2i}) y el tiempo de sinterización (t_{s2}); empleando presiones de a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa.

Por último, comparando la gráfica correspondiente a las presiones compactación de 80, 90 y 100 MPa, se puede ver que la variación de dicho parámetro no tiene una influencia significativa en los valores de la ETE. Así, para una intensidad de 7.0 kA y un tiempo de paso de 490 ms, la ETE ha sido de 0.57 kJ/g para la presión de 80 MPa (Figura 6.36a), 0.6 kJ/g para 90 MPa (Figura 6.36b), y 0.57 kJ/g para 100 MPa (Figura 6.36c).

Teniendo en cuenta la falta de una tendencia en los resultados de ETE para los compactos de aluminio, cabe esperar que afecte al comportamiento del resto de variables, como la porosidad y la resistividad eléctrica, cuando se evalúen en función de este parámetro.

6.5.2 Porosidad

Los resultados de porosidad de los compactos de Al AS61 se muestran en la Figura 6.37. En estas gráficas se ha representado la porosidad en función de la intensidad, I_{2i} , para cada serie de tiempos de sinterización, t_{s2} , y para las tres presiones de compactación.

Se observa que, en general, la porosidad de los compactos es menor conforme se incrementa la presión de compactación. Por ejemplo, para los compactos obtenidos con 6.5 kA y 390 ms, la porosidad alcanzada con 80 MPa es de 7.9% (Figura 6.37a), mientras que se reduce hasta 6.1 y 5.5% para las presiones de 90 y 100 MPa, respectivamente (Figura 6.37b y c). Esto es debido a que, al aplicar una carga de compresión mayor, se forman más contactos entre las partículas de polvo, facilitando así su unión durante el proceso de sinterizado.

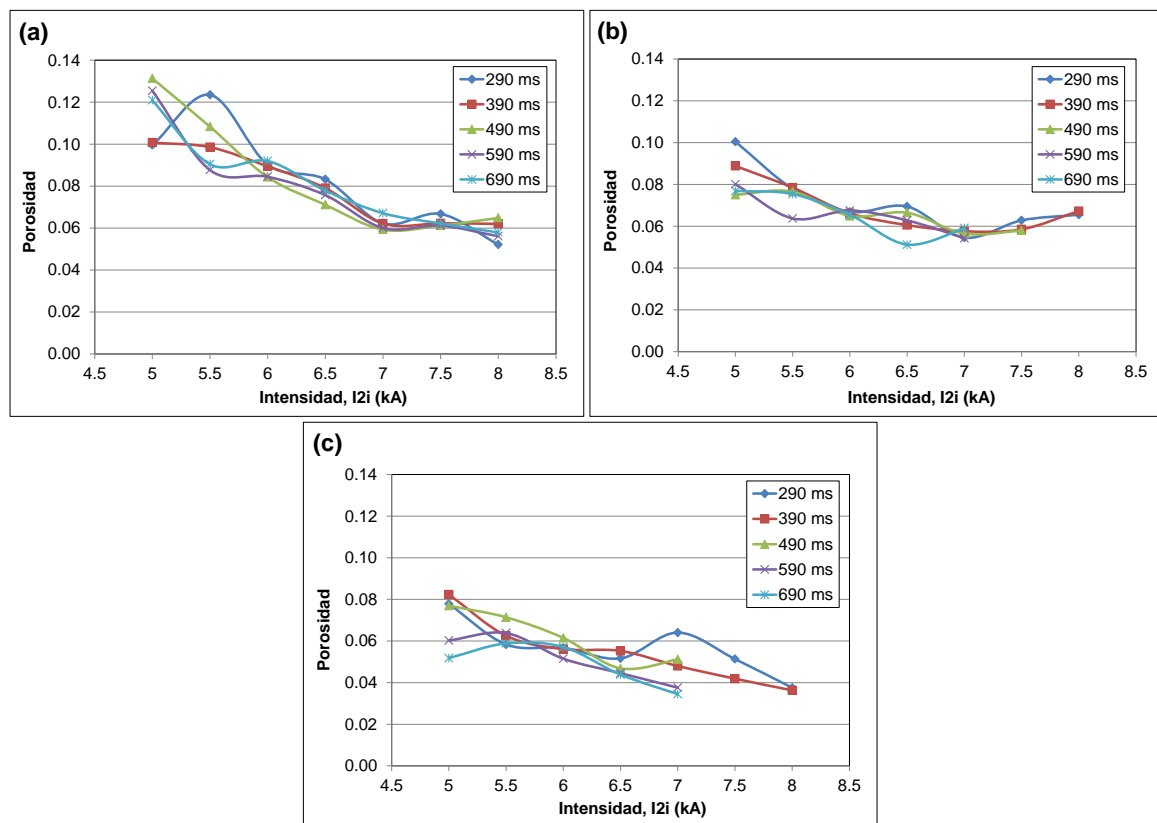


Figura 6.37. Porosidad de los compactos de aluminio fabricados mediante SRE-MF. Resultados, en función de la intensidad y para cada serie de tiempo de sinterización, correspondientes a las presiones de a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa.

Por otro lado, se puede ver que la porosidad disminuye conforme aumenta el valor de la intensidad. Este efecto es debido al mayor aumento de la temperatura que tiene lugar en la masa de polvo cuando la atraviesa una densidad de corriente más elevada, lo cual con-

lleva una mejor unión de las partículas de polvo y, por tanto, una mayor densificación. No obstante, esta reducción de la porosidad es menos notable a partir de los 7.0 kA, haciendo pensar que, en este caso, prácticamente se haya alcanzado el mínimo número de poros posible. Y, aunque se aumente la intensidad por encima de este valor, solo se consigue una ligera mejora en la densificación del compacto final. Por ejemplo, para la presión de 80 MPa y la serie correspondiente a 690 ms, la porosidad es del 12.1% para 5.0 kA, y se reduce hasta 6.7% para 7.0 kA, llegando al mínimo de 5.8%, con la intensidad de 8.0 kA.

Un efecto menos importante se ha comprobado, en los resultados de porosidad, con el tiempo de sinterización, al contrario de lo observado para la ETE (Figura 6.36). En las gráficas de la Figura 6.37, se puede ver que, en general, la porosidad obtenida con los diferentes valores de t_{s2} es similar, independientemente de la intensidad y para las tres presiones utilizadas. Esto se puede explicar a partir de la evolución de la porosidad descrita en el apartado 6.3.3. Al ser muy alto el grado de densificación alcanzado con tiempos de 290 y 390 ms, se puede considerar que se ha alcanzado el límite de densificación por mecanismos de reordenación de las partículas; siendo, a partir de este punto, mucho más lenta la caída de la porosidad. Entonces, por más que se aumente el tiempo de paso de la corriente, el valor de porosidad final disminuirá muy poco.

Los valores de porosidad de los compactos de Al AS61 fabricados mediante SRE-MF son, en general, menores que los alcanzados en los compactos de hierro, presentados en el apartado 6.4.2. En este apartado se comprobó, además, que existe una clara tendencia decreciente de la porosidad de las piezas con la ETE aportada durante su proceso de consolidación. Sin embargo, en el caso del aluminio no se ha obtenido una evolución similar para estos resultados. Por este motivo, en la Figura 6.38 se ha representado una línea de tendencia, con el fin de encontrar, al menos, una tendencia en la evolución de la porosidad con la ETE. Aun así, para las presiones de 80 y 90 MPa la dispersión de valores ha sido excesiva (Figura 6.38a y b), lo cual es debido a las importantes variaciones de la ETE observadas para estas presiones, consecuencia de la alta resistividad del óxido de aluminio.

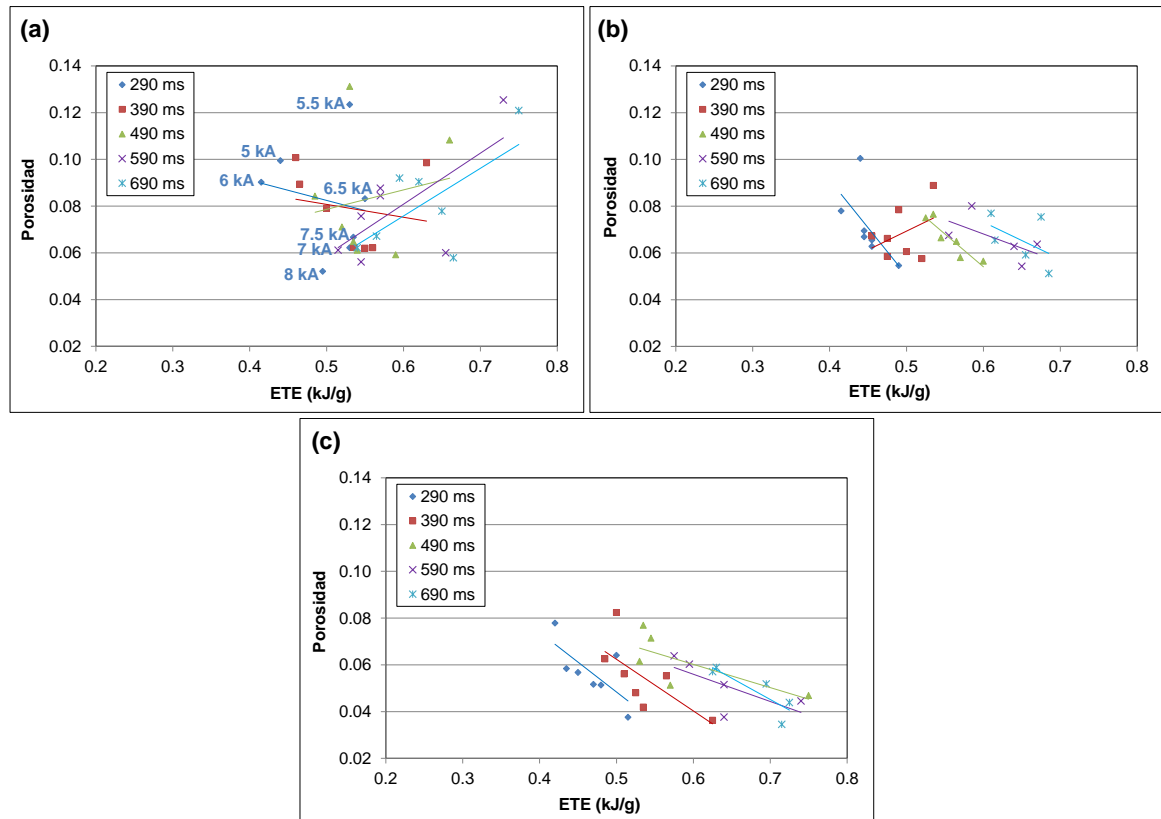


Figura 6.38. Variación de la porosidad en función de la ETE, de los compactos de Al AS61 consolidados con presiones de a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa. Resultados correspondientes a cada intensidad, y para cada serie de tiempos de sinterización.

6.5.3 Resistividad eléctrica

La Figura 6.39 presenta los resultados de resistividad eléctrica obtenidos para los compactos de Al AS61 fabricados con las tres presiones, en función de la intensidad, I_{2i} , y para los diferentes tiempos de sinterización, t_{s2} .

Comparando las tres gráficas, se puede ver la variación de la resistividad eléctrica final de los compactos según la presión de compactación empleada. En general, los valores de resistividad más bajos se obtienen con la presión más alta, 100 MPa, incluso para los compactos fabricados con menores condiciones de sinterización, manteniéndose entre $1.26 \cdot 10^{-6}$ y $5 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot m$ (Figura 6.39c). Esto es debido a que, al aumentar la presión aplicada, se reduce el número de huecos entre las partículas, disminuyendo la resistencia eléctrica de la columna de polvo inicial. Por tanto, al partir de un valor más bajo de resistividad, independientemente de la intensidad y tiempo de sinterización aplicados, la resistividad final resulta inferior a la alcanzada con presiones más bajas.

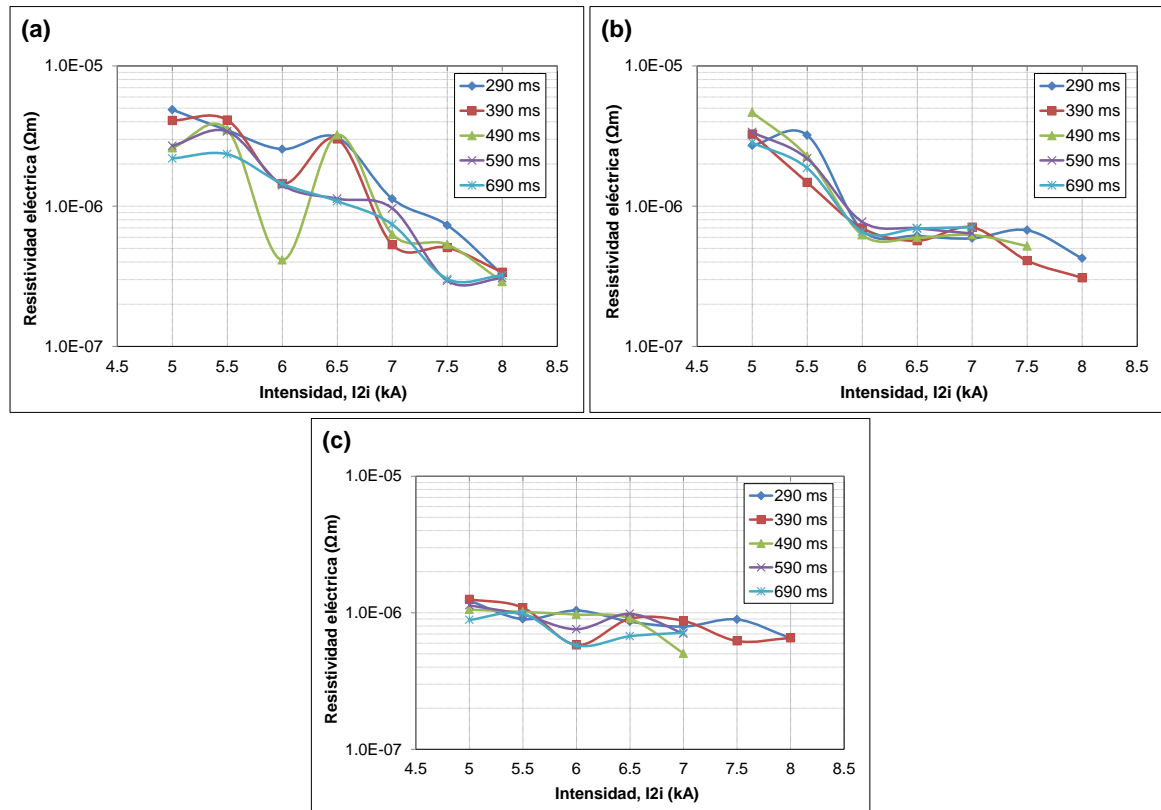


Figura 6.39. Resistividad eléctrica de los compactos de Al AS61 consolidados con a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa. Resultados en función de la intensidad, y para los diferentes tiempos de sinterización.

Por otro lado, se observa la disminución de la resistividad eléctrica conforme se incrementa la intensidad, siendo esta evolución más notable para las presiones de 80 y 90 MPa. Así, para 80 MPa y la serie correspondiente a $t_{s2} = 290$ ms, la resistividad disminuye desde $4.88 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot m$ hasta $3.26 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot m$, al aumentar el valor de I_{2i} de 5.0 a 8.0 kA (Figura 6.39a). Para las mismas condiciones de sinterización, con 90 MPa, la resistividad decrece de $2.71 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot m$ a $4.25 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot m$ (Figura 6.39b); y desde $1.23 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot m$ hasta $6.52 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot m$ con 100 MPa (Figura 6.39c). Esto es debido a que, aplicando una mayor intensidad, se consigue una mayor densificación del polvo. Por tanto, disminuye el valor al cual se estabiliza la resistencia eléctrica durante la sinterización (curvas descritas en el apartado 6.3.3).

La influencia del tiempo de sinterización, en los resultados de resistividad obtenidos, es menos notable. En general, para unas mismas condiciones de presión e intensidad, la resistividad obtenida entre los tiempos de 290 y 690 ms se mantiene en el mismo orden de magnitud. Incluso con la menor presión de compactación, donde se observa un efecto algo mayor de este parámetro, la resistividad es de $3.1 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot m$ para el tiempo mínimo, y de $1.09 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot m$ para el máximo (Figura 6.39a). Y esto se puede explicar, también, a partir

de la evolución de la resistencia eléctrica durante el proceso de sinterización. La resistencia eléctrica disminuye de forma importante al inicio del paso de la corriente, y a partir de un tiempo inferior al mínimo empleado (300 ms), sigue disminuyendo aunque muy lentamente. Así, aunque se aumente el valor de t_{s2} , la reducción de la resistividad de la pieza final es muy leve.

A. Resistividad eléctrica frente a energía térmica específica

Se ha estudiado la resistividad eléctrica de los compactos de Al AS61 frente a los valores de ETE obtenidos para cada uno de ellos. Con la presión de 100 MPa, la resistividad tiende a disminuir conforme aumenta la ETE, principalmente para las series de tiempos de 290 y 390 ms, Figura 6.40c.

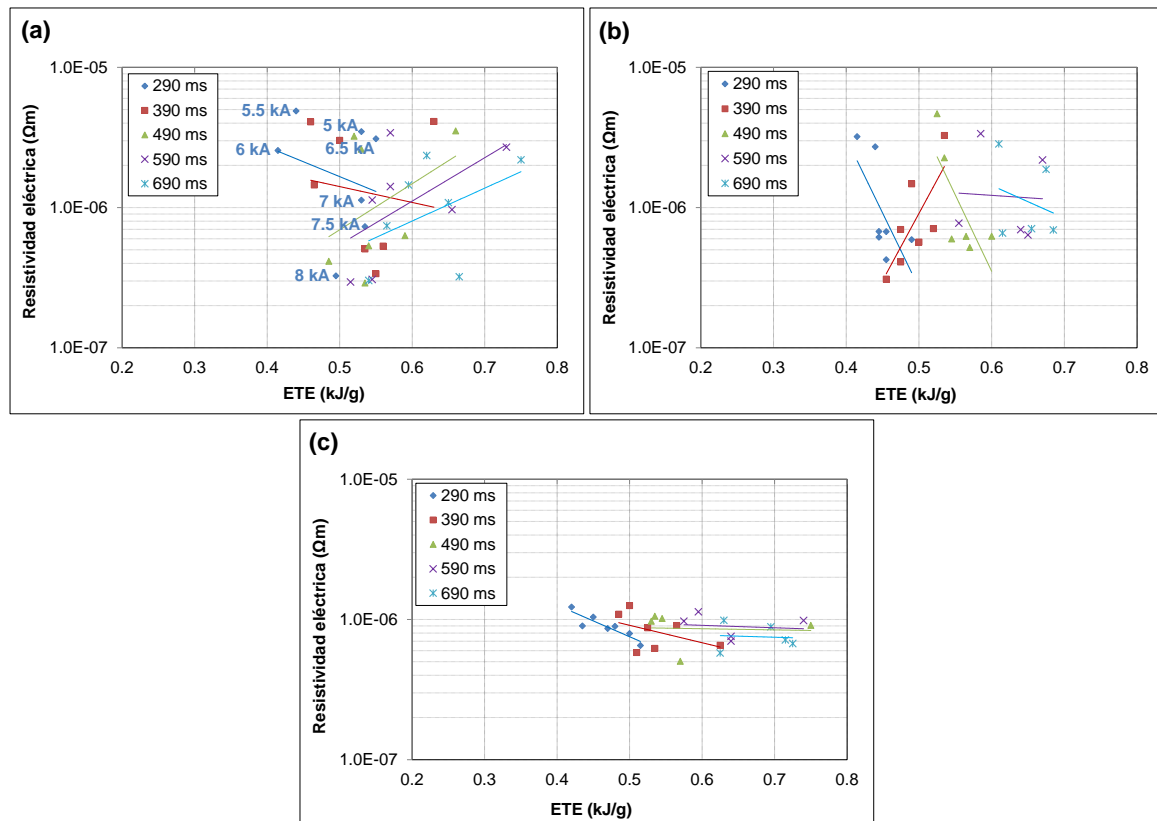


Figura 6.40. Variación de la resistividad eléctrica con la ETE. Resultados correspondientes a los compactos de aluminio consolidados con presiones de a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa.

Solo para la presión de 100 MPa se aprecia una tendencia más o menos clara (Figura 6.40c). No obstante, esta evolución presenta, en general, un comportamiento no uniforme. Esto es debido, principalmente, a la gran dispersión de los valores de ambas propiedades

en función de las condiciones de sinterización, tal y como se ha comprobado en los apartados anteriores, y consecuencia de la alta resistividad del óxido de aluminio. Por un lado, este óxido se forma en la superficie de las partículas de óxido, provocando la gran dispersión de la ETE (Figura 6.36); y, por otro, se forma también en la superficie del compacto final, dificultando la correcta medida de su resistividad eléctrica (Figura 6.39).

B. Resistividad eléctrica frente a porosidad

Para terminar, se han representado los resultados de resistividad eléctrica de los compactos frente a los valores de porosidad obtenidos para cada uno de ellos, Figura 6.41. Aunque la evolución de ambas magnitudes durante una experiencia de sinterización no es paralela (apartado 6.3.3), la porosidad de las piezas afecta a la medida de su resistencia eléctrica. Una mayor porosidad dificulta el paso de la corriente y, por tanto, cabe esperar un valor más alto de la resistividad eléctrica.

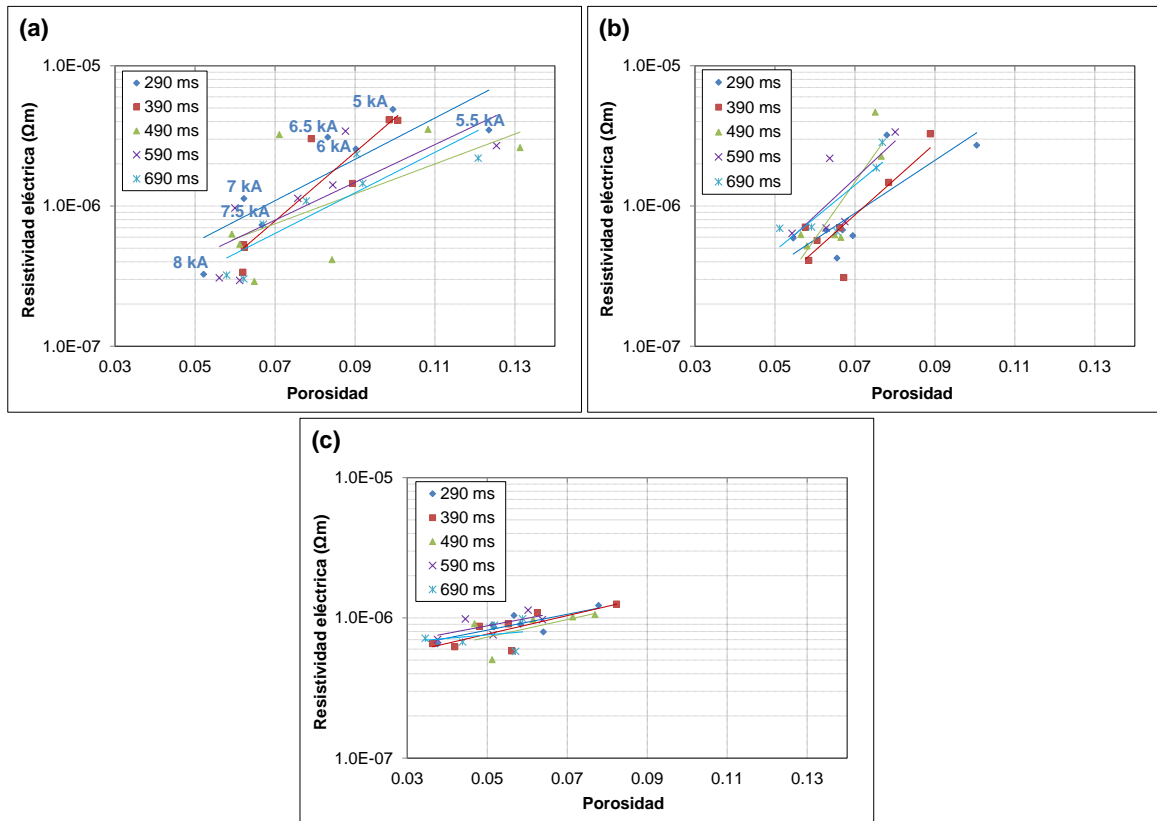


Figura 6.41. Resistividad eléctrica de los compactos de Al AS61 en función de su porosidad. Resultados para las tres presiones empleadas en la SRE-MF: a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa.

Al contrario de lo que sucedía para el hierro (apartado 6.4.3.B), fijado un cierto valor de porosidad, en este caso las condiciones de I_2i/ts_2 sí influyen en la resistividad alcanzada. Solo se obtienen valores de resistividad similares en el caso de la presión de 100 MPa (Figura 6.41c), aunque, realmente, esto parece ser debido a que los valores de resistividad obtenidos con esta presión se han mantenido dentro de un pequeño intervalo en torno a $1 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot m$.

La falta de una proporcionalidad directa y única entre los valores de resistividad y porosidad puede explicarse, principalmente, por la distribución de porosidad no uniforme en el interior de las piezas. Cuando un compacto presenta una porosidad mayor en la superficie, esta dificulta el paso de la corriente durante la medida de su resistencia eléctrica y, por consiguiente, se obtienen resultados de resistividad mayores. Y, tal y como se mostrará en el siguiente apartado, los compactos de aluminio peor densificados presentan una concentración elevada de porosidad en la zonas superficiales.

Como resumen de los resultados de los compactos de aluminio que se han visto hasta ahora (ETE, porosidad y resistividad), se puede decir que, tanto la porosidad como la resistividad eléctrica disminuyen al aumentar los valores de la presión de compresión y la intensidad, alcanzándose valores mínimos a partir de los 7.0 kA. Por contra, el aumento del tiempo de paso de la corriente no supone una mejora importante de dichas propiedades, mientras que sí aumenta la ETE aportada. No obstante, la combinación de I_2i/ts_2 sí afecta a la consolidación final de la pieza; y parece mejor, en un primer estudio, la aplicación de intensidades altas y tiempos de sinterización cortos.

6.5.4 Análisis estructural de los compactos

Tras la preparación metalográfica de todas las muestras de Al AS61 obtenidas a través de la SRE-MF, siguiendo el procedimiento experimental descrito en el apartado 4.4.3.A del Capítulo 4, se ha llevado a cabo el estudio de las macrografías de todas ellas. Asimismo, se ha realizado el análisis de las micrografías de una selección de estas muestras.

A. Macrografías

A continuación se muestra una selección de las macrografías de compactos de Al AS61, fabricados con las presiones de compactación de: 80 MPa, Tabla 6.7; 90 MPa, Tabla 6.8; y 100 MPa, Tabla 6.9. Se han incluido imágenes de las muestras sin atacar, ya que las macrografías de las muestras atacadas no revelaban ninguna información adicional sobre la consolidación de estos compactos. En el caso de las presiones de 90 y 100 MPa, y con la

intensidad de 8.0 kA, no ha sido posible obtener compactos con tiempos de sinterización a partir de 490 ms, tal y como se explicó en el apartado 6.1. Por este motivo, se han incluido las macrográficas de las muestras fabricadas con el mayor tiempo empleado en este caso, 390 ms (Al AS61 90 8.0/390, Tabla 6.8; y Al AS61 100 8.0/390, Tabla 6.9), como muestras significativas de los compactos obtenidos con estas dos presiones.

En general, el acabado superficial de los compactos de aluminio ha sido bueno, incluso para las condiciones mínimas de intensidad y tiempo de sinterización, y para las tres presiones empleadas. A nivel macroscópico, es difícil apreciar posibles defectos o porosidad en ninguna de las muestras de Al AS61, debido a que el aluminio es un material que consolida muy bien, incluso a bajas temperaturas. Esto se corresponde con los mejores resultados de porosidad alcanzados para los compactos de aluminio (apartado 6.5.2), respecto a los obtenidos para los de hierro (apartado 6.4.2).

Además, en las macrográficas de los compactos de aluminio no aparece ningún tipo de marca o zona diferenciada en el interior de las muestras, como las observadas en el caso del hierro (apartado 6.4.4.A), que indique una concentración de porosidad, una posible transformación de fase o crecimiento de grano en dicha región.

Tabla 6.7. Macrográficas de compactos (sin atacar) de Al AS61 fabricados por SRE-MF, empleando una presión de 80 MPa.







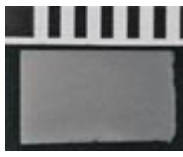
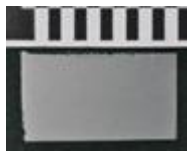


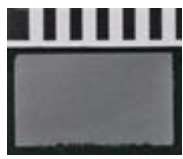
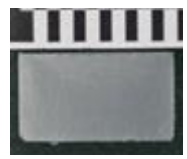
I2i				
ts2	5.0 kA	6.0 kA	7.0 kA	8.0 kA
290 ms	Al AS61 80 5.0/290 	Al AS61 80 6.0/290 	Al AS61 80 7.0/290 	Al AS61 80 8.0/290 
490 ms	Al AS61 80 5.0/490 	Al AS61 80 6.0/490 	Al AS61 80 7.0/490 	Al AS61 80 8.0/490 
690 ms	Al AS61 80 5.0/690 	Al AS61 80 6.0/690 	Al AS61 80 7.0/690 	Al AS61 80 8.0/690 

Tabla 6.8. Selección de macrografías de las muestras, sin atacar, de Al AS61, consolidados con una presión de 90 MPa.















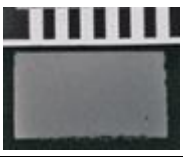
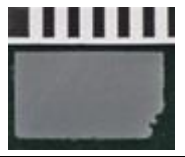
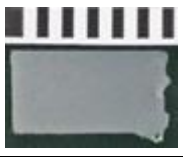
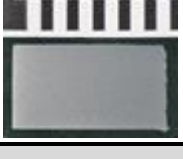
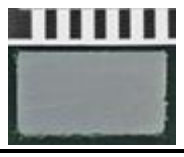
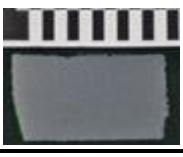



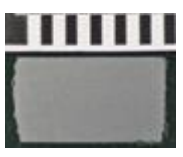
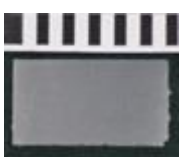

I2i	5.0 kA	6.0 kA	7.0 kA	8.0 kA
ts2				
290 ms	Al AS61 90 5.0/290 	Al AS61 90 6.0/290 	Al AS61 90 7.0/290 	Al AS61 90 8.0/290 
390 ms				Al AS61 90 8.0/390 
490 ms	Al AS61 90 5.0/490 	Al AS61 90 6.0/490 	Al AS61 90 7.0/490 	
690 ms	Al AS61 90 5.0/690 	Al AS61 90 6.0/690 	Al AS61 90 7.0/690 	

Tabla 6.9. Conjunto de imágenes obtenidas de los compactos de Al AS61 (sin atacar) fabricados por SRE-MF con 100 MPa de presión.

I2i	5.0 kA	6.0 kA	7.0 kA	8.0 kA
ts2				
290 ms	Al AS61 100 5.0/290 	Al AS61 100 6.0/290 	Al AS61 100 7.0/290 	Al AS61 100 8.0/290 
390 ms				Al AS61 100 8.0/390 
490 ms	Al AS61 100 5.0/490 	Al AS61 100 6.0/490 	Al AS61 100 7.0/490 	
690 ms	Al AS61 100 5.0/690 	Al AS61 100 6.0/690 	Al AS61 100 7.0/690 	

B. Micrografías

El estudio microestructural se ha llevado a cabo a una serie de muestras significativas. Se han obtenido imágenes de microscopía óptica de los compactos fabricados con unas condiciones de intensidad y tiempo mínima, intermedia y máxima. En la Figura 6.42a se indican los compactos seleccionados para la presión de 80 MPa, 5.0/290, 6.5/490 y 8.0/690; y, para 90 y 100 MPa, las muestras 5.0/290, 6.5/490 y 8.0/390. Asimismo, teniendo en cuenta la buena combinación de porosidad y ETE del compacto Al AS61 100 8.0/290, se han obtenido micrografías de las muestras 8.0/290 fabricadas con las tres presiones.

A pesar de la buena consolidación y acabado superficial observado en la macrografías de los compactos de Al AS61 (apartado 6.5.4.A), durante el estudio microscópico de estas muestras se pudo ver que la microestructura no siempre es uniforme en la sección estudiada de las piezas. Dentro de cada compacto, la distribución de temperatura es irregular, por la física del problema, así como por el enfriamiento que provoca la pared de la matriz. Esta irregularidad en la distribución de temperatura suele producir una distribución no uniforme de la porosidad, característica de las piezas obtenidas mediante sinterización por resistencia eléctrica. Por este motivo, se han tomado imágenes en diferentes zonas representativas de las muestras, las cuales se indican en el esquema de la Figura 6.42b.

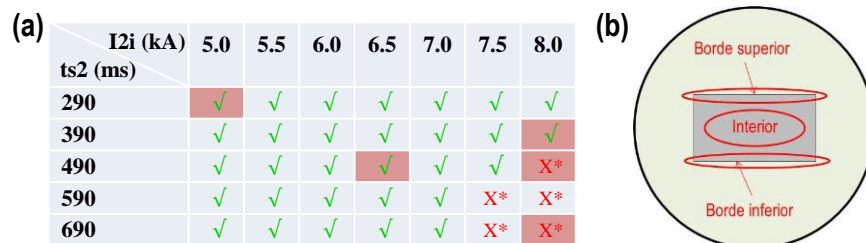


Figura 6.42. a) Selección de muestras de Al AS61 estudiadas en el microscopio óptico; y b) esquema de las diferentes zonas observadas. ([*] Experiencias no válidas para las presiones de 90 y 100 MPa.)

A continuación se muestran los resultados obtenidos, analizando el efecto de variar los tres parámetros tomados como variables en este trabajo: presión, intensidad y tiempo de sinterización.

Efecto de las condiciones de intensidad y tiempo de sinterización

En primer lugar, se ha estudiado la influencia de los valores de I2i y ts2 empleados en la fabricación de los compactos mediante SRE-MF. En la Figura 6.43 se muestran las

micrografías correspondientes a las muestras 5.0/290, 6.5/490 y 8.0/390, para la presión de 100 MPa. El efecto de variar las condiciones de intensidad y tiempo de sinterización ha resultado ser semejante para las otras dos presiones, 80 y 90 MPa. Se han incluido imágenes de zonas con una microestructura diferenciada, en las muestras pulidas.

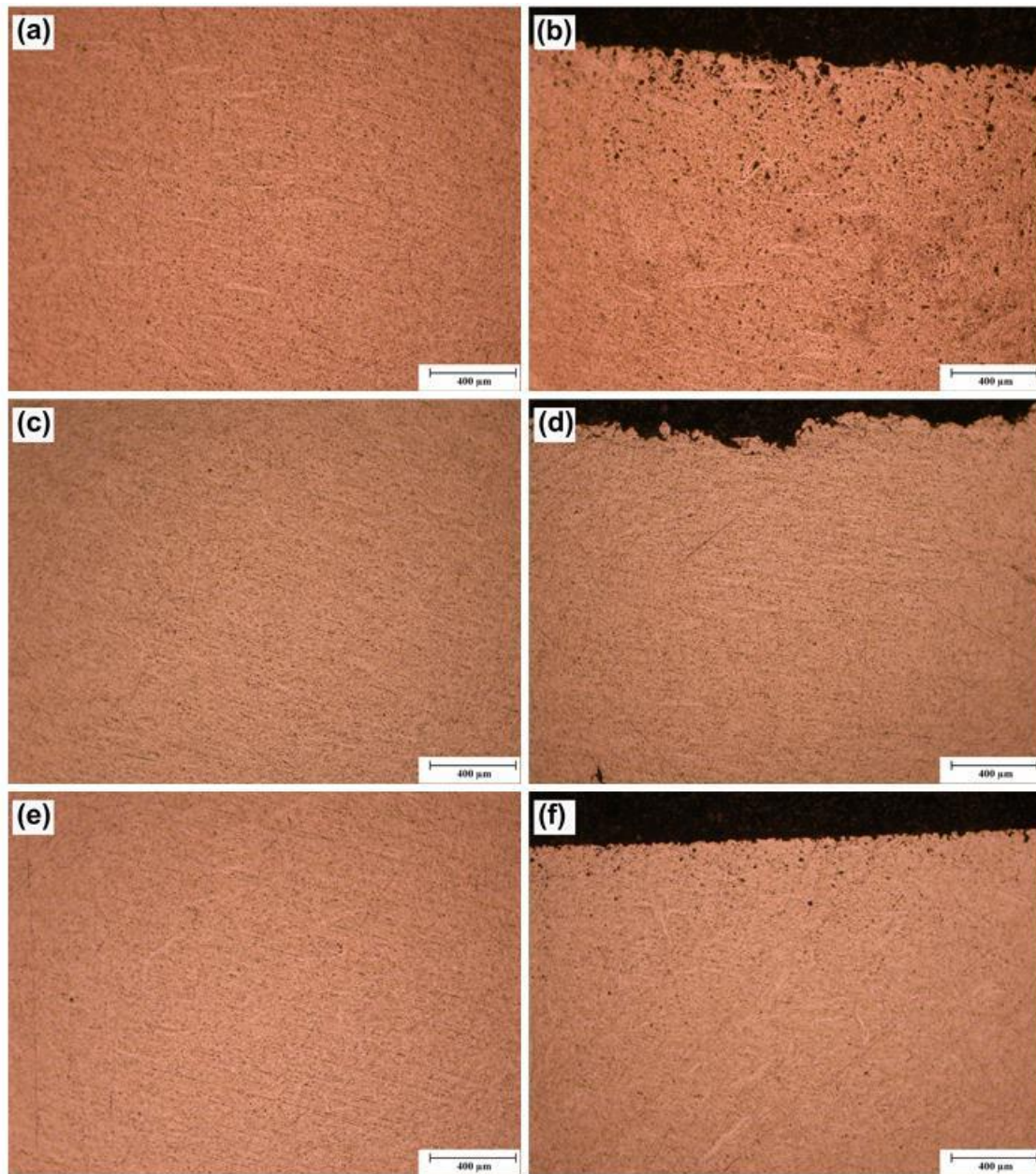


Figura 6.43. Micrografías de la selección de compactos de Al AS61 consolidados con 100 MPa: a) y b) 5.0/290; c) y d) 6.5/490; e) y f) 8.0/390. Imágenes del interior (izquierda) y el borde (derecha) de las muestras pulidas.

Se ha comprobado que la porosidad es menor en las muestras fabricadas con mayor intensidad. También se ha visto que, en el caso de los compactos consolidados con mayo-

res intensidades, el aumento del tiempo de sinterización no supone una mejora significativa de su porosidad. Así, una mayor porosidad se observa en la micrografía del interior del compacto Al AS61 100 5.0/290 (Figura 6.43a), además de presentar una gran concentración de poros en los bordes (Figura 6.43b). Mientras que la menor porosidad se obtiene en el interior del Al AS61 100 8.0/390 (Figura 6.43e), así como el mejor acabado superficial obtenido para esta última, con los bordes mejor definidos y una menor cantidad de poros (Figura 6.43f). Esto se corresponde con los valores de porosidad presentados en el apartado 6.5.2, con un 7.8% para la muestra 5.0/290; el cual se reduce al 4.7% para la 6.5/490, y hasta el 3.6% para la 8.0/390 fabricada con la misma presión, 100 MPa.

Por otro lado, se puede ver el efecto de las condiciones de sinterización empleadas en el tamaño de grano de las muestras. En la Figura 6.44 se han incluido imágenes de las mismas muestras, tras haber sido atacadas para poder apreciar su microestructura. En las micrografías se observa, para las tres muestras, un tamaño y forma de los granos no homogéneos, siendo este efecto más notable para los compactos 6.5/490 y 8.0/390, donde se pueden ver granos de formas más o menos redondeadas, entre los cuales aparecen otros con formas alargadas e irregulares. En cualquier caso, el tamaño medio de grano ha resultado ser del mismo orden para los tres compactos: 21.7 μm para el 5.0/290 (Figura 6.44a), 19.6 μm el 6.5/490 (Figura 6.44c), y 19.7 μm el 8.0/390 (Figura 6.44e). Sin embargo, en las micrografías de estas tres muestras se observan granos de tamaños muy diferentes. De hecho, la 8.0/390 presenta algunos granos de dimensiones superiores a las 40 μm (Figura 6.44f). Esto es debido a la mayor temperatura alcanzada en el interior de los compactos durante la sinterización cuando se emplean intensidades mayores. En cualquier caso, al aparecer también granos de tamaños muy pequeños, por debajo incluso de las 10 μm , disminuye el valor medio calculado a partir de dichas micrografías.

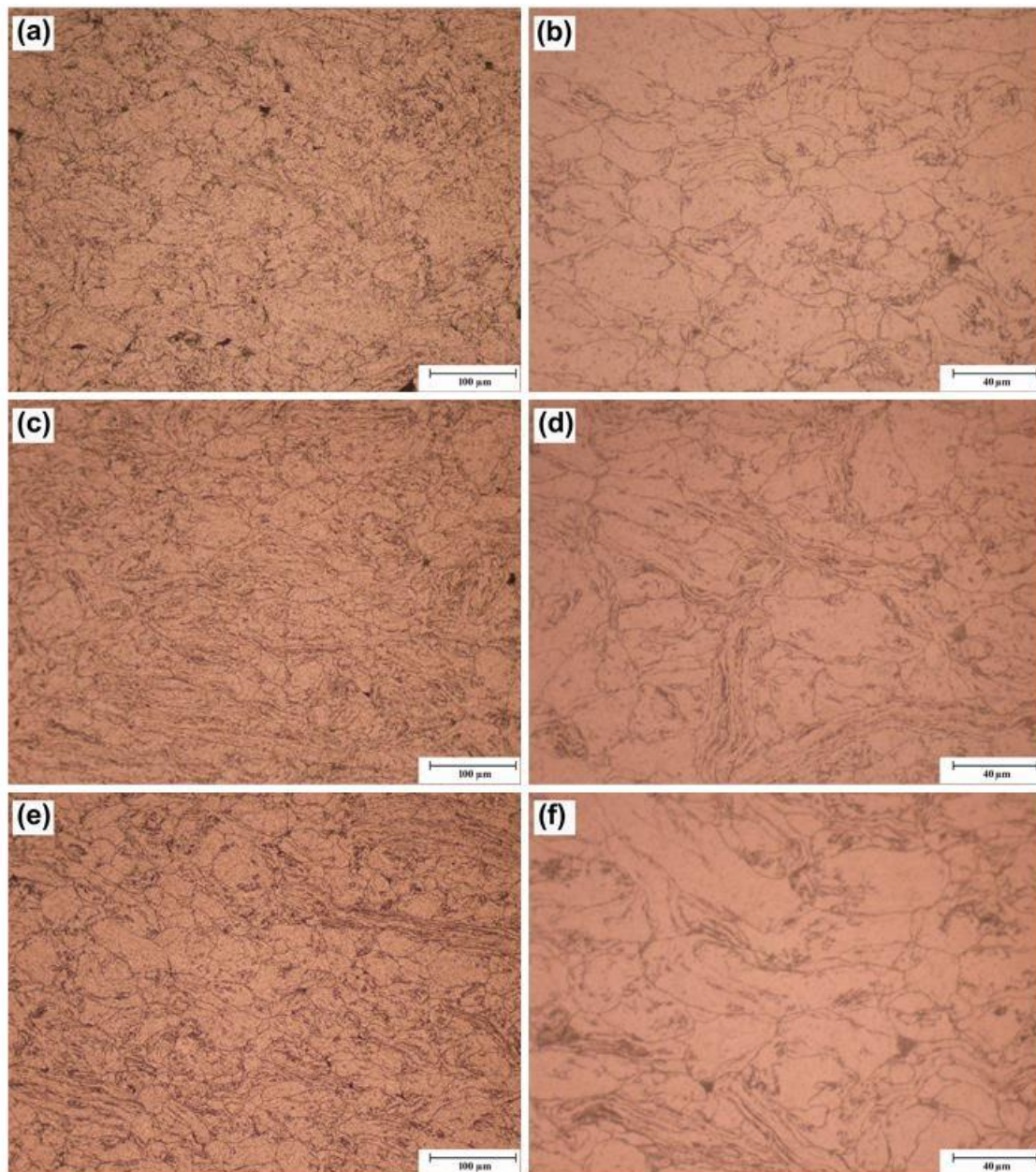


Figura 6.44. Micrografías, a diferentes aumentos, de las muestras atacadas de Al AS61 a) y b) 5.0/290, c) y d) 6.5/490, e) y f) 8.0/390, todas ellas fabricadas con una presión de 100 MPa:

Es importante destacar la diferencia de porosidad que se ha encontrado en los bordes de las muestras, correspondientes a las dos superficies planas de los compactos. Este fenómeno se aprecia en los compactos peor consolidados, y permite justificar, entre otras causas, la falta de proporcionalidad directa entre la resistividad y porosidad vista anteriormente en la Figura 6.41 (apartado 6.5.3.B).

Como ejemplo, se han incluido las imágenes tomadas en dichas zonas para el Al AS61 100 5.0/290, Figura 6.45. La porosidad de dicha muestra ha sido de 7.8%, con la mayor parte de los poros concentrados en las zonas superficiales, y siendo mucho mayor

en una de caras (Figura 6.45c y d), que en la base opuesta del compacto (Figura 6.45a y b). Esta superficie con un mejor acabado y menor porosidad, es la que se encuentra en contacto con la oblea superior durante la experiencia de SRE-MF. El hecho de que esta base del compacto resulte mejor consolidada que la opuesta es debido, principalmente, a la geometría del sistema. El punzón inferior y, por consiguiente, la oblea inferior, se mantienen siempre a una temperatura más baja gracias a mayor acción de la refrigeración del sistema sobre estos. Esto permite un menor calentamiento de la masa de polvo en contacto con dicha oblea, respecto a la que se encuentra en contacto con la oblea superior. Entonces, la zona de la pieza en contacto con la oblea superior llega a alcanzar una mayor temperatura durante el proceso, facilitando la unión de las partículas y eliminando una mayor cantidad de poros.

No obstante, aunque la temperatura alcanzada sea mayor en la zona superior, no se observa un crecimiento importante del tamaño de grano (con un tamaño medio de $20.3\ \mu\text{m}$, Figura 6.45a y b) respecto a la otra superficie de la muestra (con $18.4\ \mu\text{m}$, Figura 6.45c y d), gracias al corto tiempo de sinterización empleado.

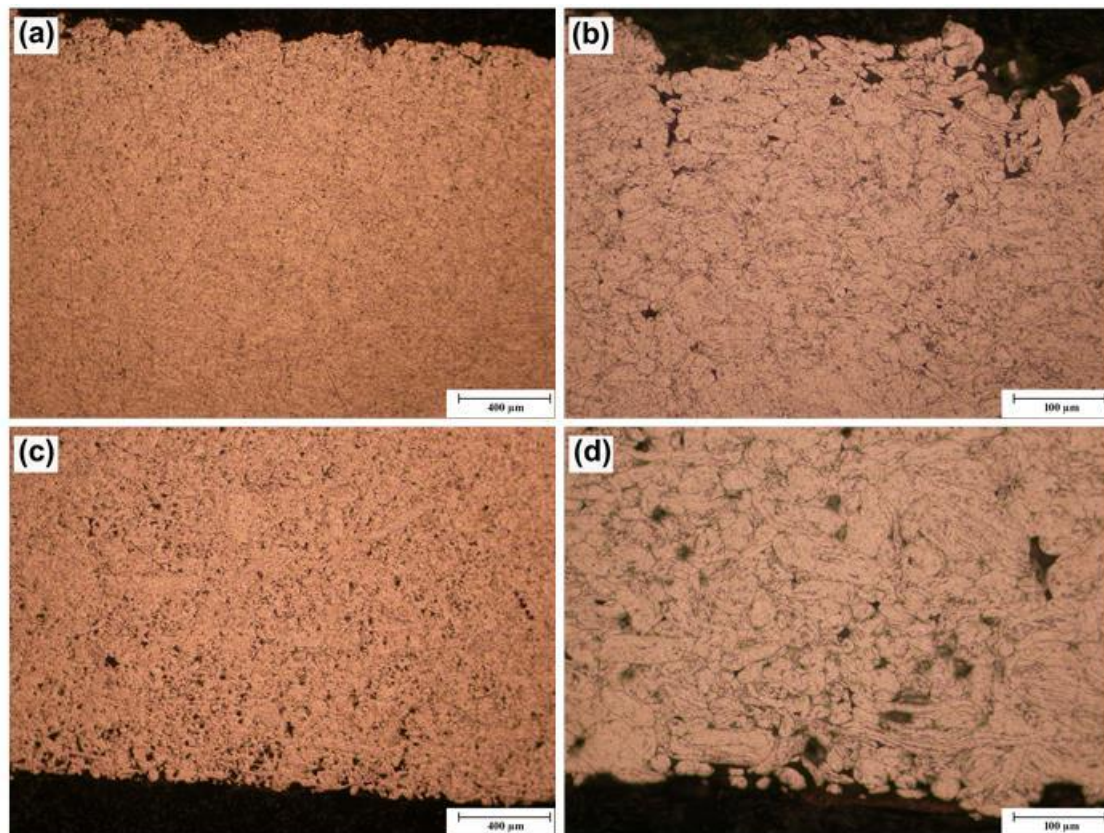


Figura 6.45. Diferencia de porosidad en las superficies de los compactos de aluminio fabricados mediante SRE-MF. Micrografías de la muestra Al AS61 100 5.0/290, en la zona de los bordes: a) y b) superior; c) y d) inferior; a diferentes aumentos.

Efecto de la presión de compactación

Además de las condiciones de sinterización, se ha analizado el efecto de la presión de compactación aplicada, en su microestructura final. Para ello, se han obtenido imágenes de microcopia óptica de muestras consolidadas con idénticas combinaciones de intensidad y tiempo de sinterización, y todas ellas para las tres presiones empleadas. En este caso, se ha optado por incluir los resultados obtenidos para las combinaciones de intensidad y tiempo 6.5/490 y 8.0/390, por tratarse de muestras con una buena consolidación, tal y como se ha visto anteriormente. Asimismo, se ha incluido el estudio de las micrografías de la 8.0/290, ya que ha resultado ser un compacto con una buena combinación de porosidad y ETE.

La Figura 6.46 muestra las micrografías obtenidas para las muestras 6.5/490 consolidadas con las tres presiones. Se muestran imágenes tanto del interior de los compactos como de la zona superficial, con el fin de evaluar el efecto de la presión en ambas regiones. Se puede ver que el acabado de los bordes mejora conforme se aplica una mayor presión, además de conseguir una reducción en la porosidad. Así, el compacto mejor consolidado sería el Al AS61 100 6.5/490 (Figura 6.46e y f), lo cual se corresponde con el valor de porosidad obtenido para dicho compacto, 4.7%, inferior al de los otros dos (6.7% el Al AS61 80 6.5/490, y 7.1% el Al AS61 90 6.5/490).

En cuanto al tamaño de grano en el interior de las muestras, no se aprecia una diferencia importante al variar la presión de compactación. Aunque en la micrografía del compacto consolidado con 80 MPa se observan algunos granos de mayor tamaño (Figura 6.46a), el valor medio ha resultado de 20.4 μm , muy próximo al obtenido para las otras dos: 20.9 μm con la presión de 90 MPa (Figura 6.46c), y 19.6 μm con 100 MPa (Figura 6.46e).

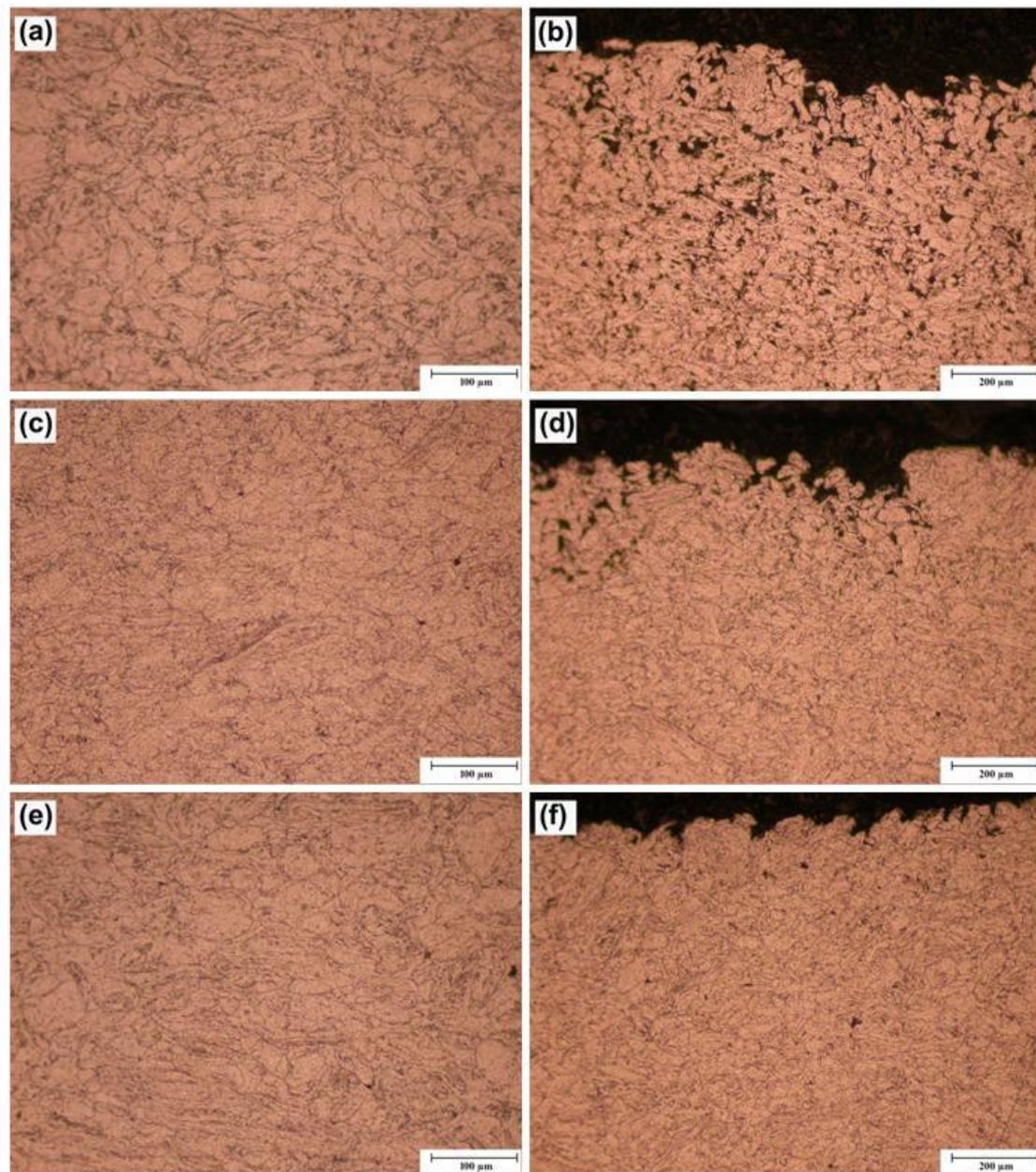


Figura 6.46. Micrografías de los compactos de Al AS61 fabricados por SRE-MF, con 6.5 kA y 490 ms, y presiones de: a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa. Imágenes del interior (izquierda), y los bordes de la muestra (derecha).

Las micrografías de las muestras 8.0/290 y 8.0/390 se muestran en la Figura 6.47. En primer lugar, comparando las micrografías de los compactos 8.0/290 obtenidos con las diferentes presiones, se puede ver que, aunque se aprecian granos con diferentes formas y tamaños, el tamaño de grano no parece variar de forma importante. Esto se ha confirmado tras el cálculo del tamaño medio de grano de cada una de las muestras, que han resultado ser de $16.2\ \mu\text{m}$ para la consolidada con 80 MPa (Figura 6.47a), $18.6\ \mu\text{m}$ con 90 MPa (Figura 6.47c), y $18.0\ \mu\text{m}$ con 100 MPa (Figura 6.47e).

De igual forma, en el caso de las muestras 8.0/390, el tamaño medio de grano tampoco varía de forma importante con la presión de compactación, siendo de 21.0 μm para 80 MPa (Figura 6.47b), 19.1 μm con 90 MPa (Figura 6.47d) y 19.7 μm con 100 MPa (Figura 6.47f).

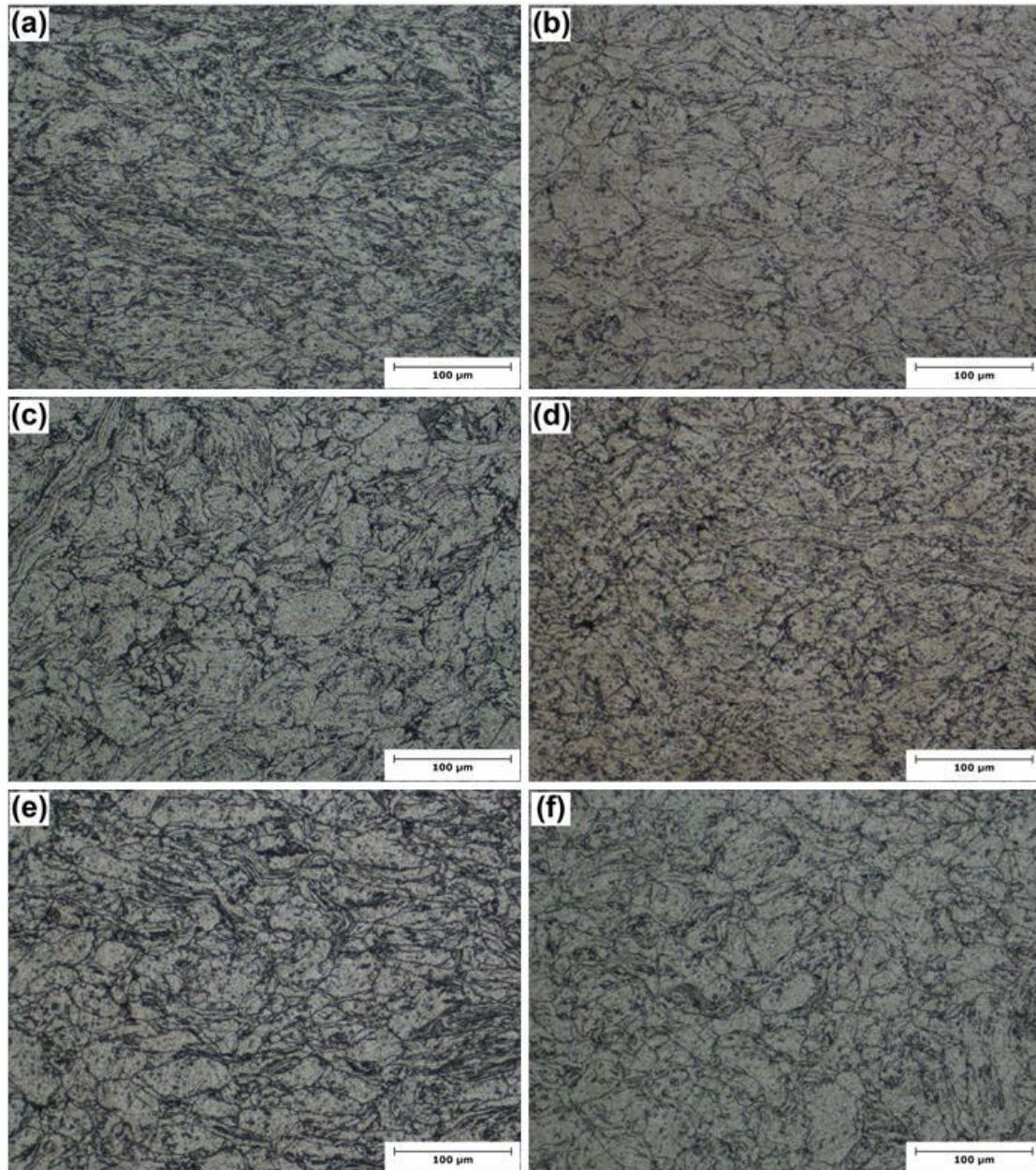


Figura 6.47. Micrografías de los compactos 8.0/290 (izquierda) y 8.0/390 (derecha) de aluminio AS61, consolidados con presiones de a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa.

En general, tras el estudio microestructural de los compactos de Al AS61, se ha comprobado que los mejores resultados (mejor acabado superficial, y una porosidad menor y mejor distribuida) se obtienen para aquellos fabricados con 100 MPa de presión e inten-

sidades altas. Además, aunque el tamaño medio de grano del polvo de partida era inferior (con 5.7 μm frente a valores en torno a 20 μm para los compactos), se ha comprobado que, en general, el tamaño de grano de los compactos de aluminio no se ve influenciado de forma importante por el incremento de los parámetros de sinterización.

6.5.5 Propiedades mecánicas

La evaluación de las propiedades mecánicas de los compactos de aluminio, basada en los ensayos de microdureza Vickers y de compresión, se ha llevado a cabo según el procedimiento experimental descrito en los apartados 4.4.4 y 4.4.5 del Capítulo 4. A continuación se muestran los resultados obtenidos de dureza y resistencia a compresión.

A. Microdureza

En el caso del aluminio, teniendo en cuenta la menor dureza del material de partida, cabe esperar unos valores de dureza más bajos para los compactos fabricados a partir de este polvo. Así, en primer lugar, la carga empleada para el ensayo de microdureza fue de 0.3 kg. No obstante, se decidió probar a aumentar la carga hasta 0.5 kg; y, al estar los valores obtenidos dentro del rango admisible por la norma ^[136, 137], se decidió considerar esta segunda medida, HV 0.5, para los resultados de microdureza de los compactos de Al AS61.

Distribución de la microdureza en la sección de los compactos

Se han representado los valores de microdureza obtenidos en los cinco puntos en los cuales se llevó a cabo el ensayo, cuyas posiciones se describen en la Figura 4.32 y la Tabla 4.7 (Capítulo 4, apartado 4.4.5). En la Figura 6.48 se muestran los resultados obtenidos para una serie de muestras representativas. En este caso, se han seleccionado los resultados correspondientes al ensayo de las piezas de aluminio fabricadas con cada una de las intensidades y los mayores tiempos de sinterización: 5.0/690, 6.0/690, 7.0/690, 8.0/390 y 8.0/690 (esta última, solo para la presión de 80 MPa). Asimismo, se ha incluido la distribución de dureza de las muestras 8.0/290, por los buenos resultados observados, hasta ahora, en estos compactos.

En las gráficas se observa que, en general, la dureza es más alta en los puntos del interior de las muestras (puntos 3, 4 y 5), y, también, en el punto 1, correspondiente a la superficie plana de las piezas, cerca de la superficie lateral. Esto es debido a la mejor consolidación de estas zonas por alcanzar una mayor temperatura durante la sinterización. Así,

en la mayoría de los casos representados, correspondientes al tiempo de sinterización máximo (690 ms), la menor dureza se ha obtenido en el punto 2, es decir, en el centro de las bases de los compactos. Este hecho se puede explicar, por un lado, considerando la mayor temperatura alcanzada en el interior, zona que constituye el óvalo central de la pieza cilíndrica, ya que, por la geometría del sistema, son zonas en las cuales no se consigue una refrigeración igual a las que están en contacto con las paredes del tubo cerámico. Además, la densidad es menor en la zona alrededor del punto 2. Ambos factores conllevan una menor dureza en el punto 2, ya que, si se compara, por ejemplo, con el punto 1, aunque la densidad de esta zona es similar, el calentamiento será menor que el alcanzado en la zona del punto 2 (y, por tanto, se produce un menor crecimiento local de grano).

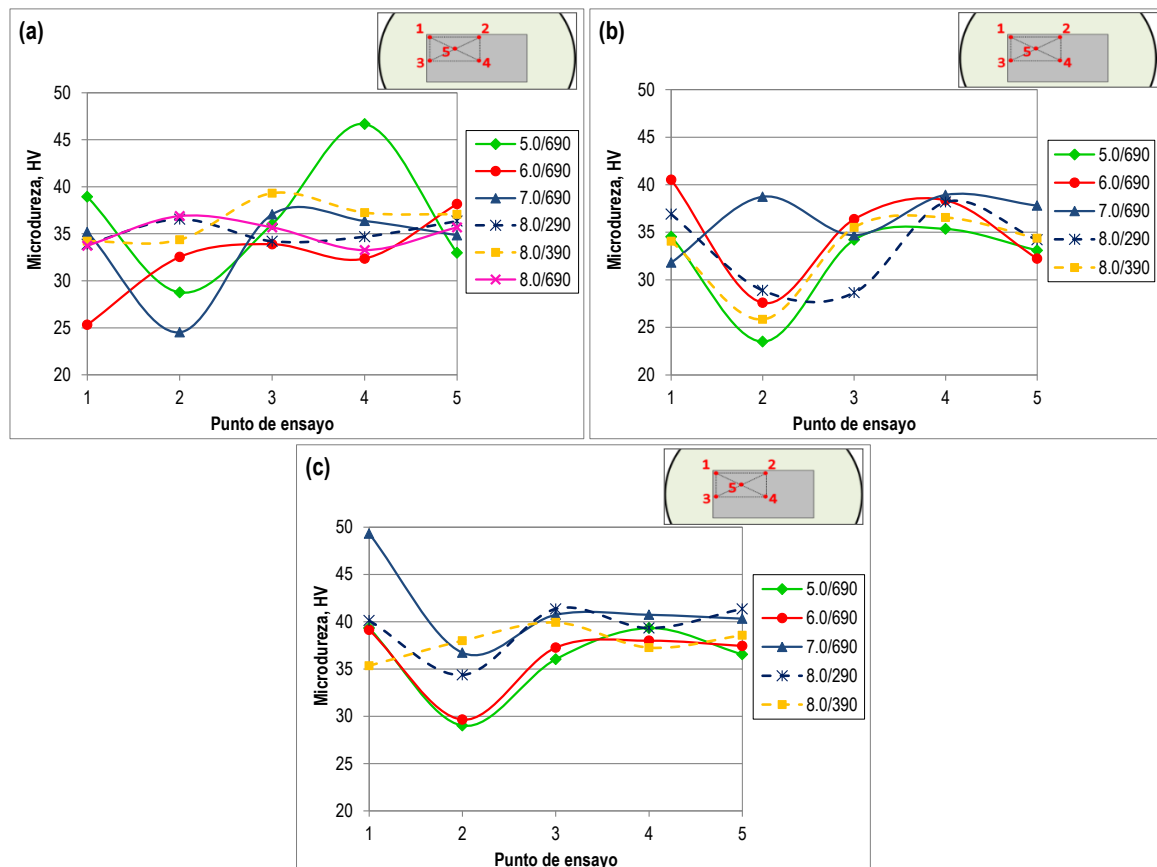


Figura 6.48. Distribución de dureza de los compactos de aluminio 5.0/690, 6.0/690, 7.0/690, 8.0/290 y 8.0/390, para las presiones de a) 80 MPa (incluido, también, el 8.0/690); b) 90 MPa, y c) 100 MPa.

En general, la buena densificación de los compactos de Al para tiempos de sinterización bajos, provoca que, al incrementar este tiempo, se puede llegar a producir un reblandecimiento en zonas localizadas de la pieza, como consecuencia del fenómeno de creci-

miento de grano. De hecho, se ha comprobado que la distribución de dureza, para intensidades mayores, resulta más uniforme con tiempos de sinterización bajos, ya que se evita este incremento de temperatura en dichas zonas.

La diferencia de dureza en las cinco posiciones ensayadas ha resultado algo menor para las muestras fabricadas con intensidades mayores (7.0 y 8.0 kA), debido a la distribución uniforme de porosidad en la sección. Como ejemplo, en la Figura 6.48c se puede ver que, con 100 MPa, la mejor distribución de dureza la presenta el compacto 8.0/390, cuyos valores de microdureza Vickers oscilan entre 35 y 40 HV 0.5.

Evolución de la microdureza de los compactos

A continuación se muestran los resultados de microdureza Vickers obtenidos en el interior de las piezas (punto 4 del patrón de medidas empleado), para las tres presiones de compactación utilizadas (Figura 6.49a, c y e). Asimismo, se han incluido los resultados de microdureza media o global, calculada a partir de las cinco zonas ensayadas en cada compacto (Figura 6.49b, d y f). En cada gráfica se ha representado la microdureza HV de todos compactos ensayados, en función del tiempo de sinterización (ts_2), y para cada serie de intensidades (I_2).

Se observa que la microdureza en el interior de los compactos aumenta conforme se incrementa la presión de compactación empleada. Así, los valores máximos se obtienen con la mayor presión, 100 MPa, superándose los 42 HV 0.5 para varias muestras consolidadas con 7.0 kA (Figura 6.49e). Esto es debido a la mejor consolidación de dichos compactos, con una menor porosidad y una microestructura más homogénea, tal y como se ha comprobado en los apartados anteriores.

Por otro lado, con las tres presiones, se puede ver que la microdureza disminuye conforme se incrementa el valor de ts_2 . Este efecto es debido a que, tal y como se ha visto en los apartados 6.5.2 y 6.5.3, el aumento del tiempo de sinterización no reduce notablemente la porosidad final de los compactos. Según la evolución de dicha magnitud descrita en el apartado 6.3.3, se puede considerar que las piezas fabricadas con menores valores de ts_2 alcanzan el valor mínimo de porosidad durante su sinterización. Entonces, un mayor tiempo de paso puede producir, principalmente, un crecimiento de grano en zonas localizadas o incluso en toda la pieza, provocando así el reblandecimiento del material. Por ejemplo, en el apartado 6.5.4.B, se ha comprobado que el tamaño medio de grano es ligeramente mayor para las muestras 8.0/390 consolidadas con las tres presiones (entre aproximadamente 19-21 HV 0.5), respecto a las 8.0/290 (16-18 HV).

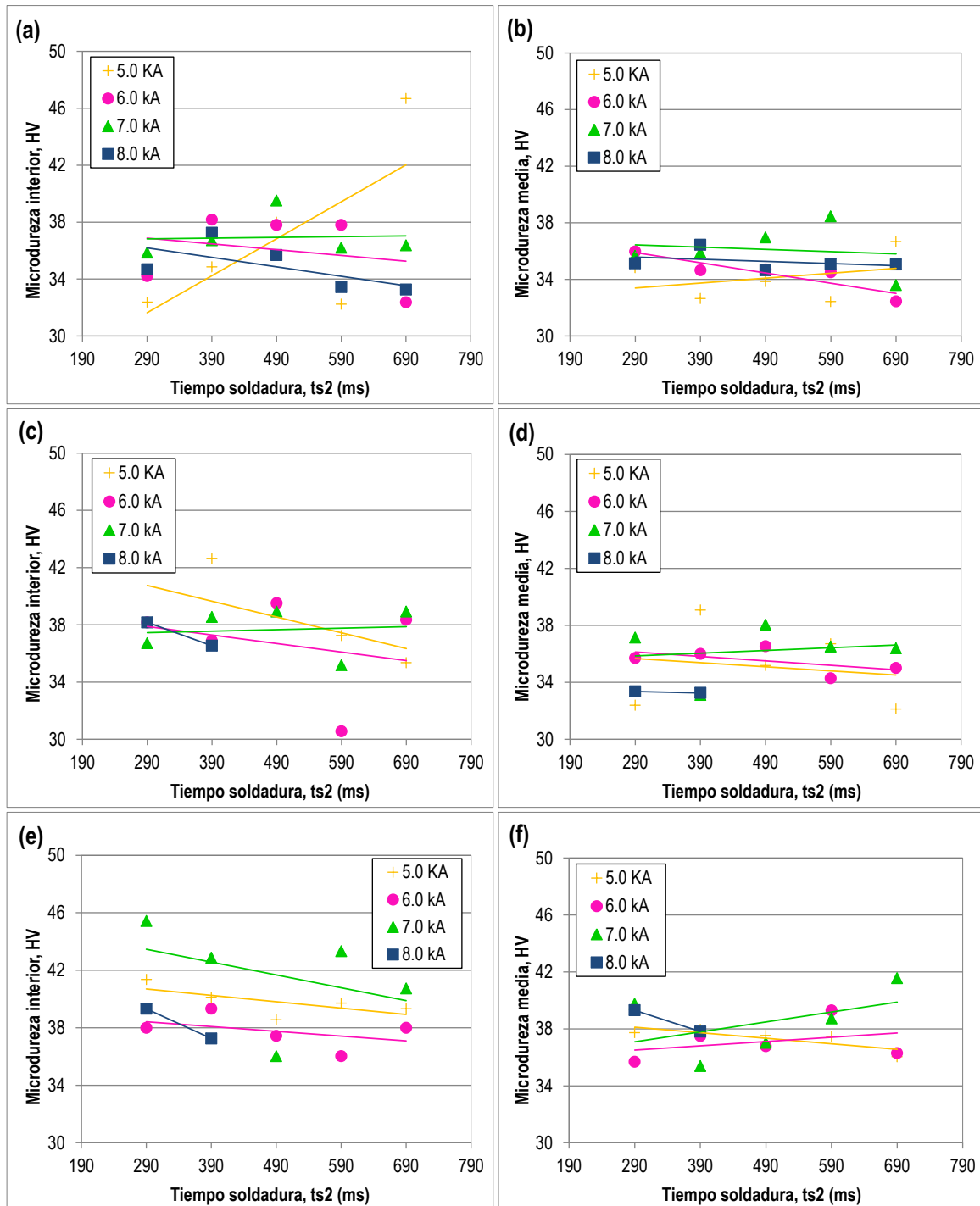


Figura 6.49. Microdureza Vickers en el interior (punto 4), a la izquierda, y HV media, a la derecha, de los compactos de Al AS61 consolidados empleando presiones de a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa. Resultados en función de la intensidad y el tiempo de sinterización.

No obstante, en el caso de la serie de 5.0 kA y la presión de 80 MPa, se ha obtenido una dureza muy elevada para el compacto 5.0/690, con 46.7 HV 0.5 (Figura 6.49a). Esto es consecuencia de la mala densificación que presenta la muestra 5.0/290, y al hecho de que,

en este caso, dicha propiedad sí mejora de forma apreciable conforme se incrementa el tiempo de sinterización, aumentando así la dureza de las piezas.

Únicamente con la intensidad de 7.0 kA, para las presiones de 80 y 90 MPa, la microdureza del interior de las muestras es prácticamente igual para los cinco tiempos de sinterización empleados (Figura 6.49a y c). Esto se puede explicar teniendo en cuenta los resultados de porosidad obtenidos. En la Figura 6.37 se comprobó que, para dichas condiciones de presión e intensidad, la densificación de las piezas era similar con los cinco tiempos de sinterización empleados.

Por contra, esto no ocurre con la presión de 100 MPa (Figura 6.49e). Es cierto que, en este caso, se comprobó que la porosidad disminuye con el tiempo, lo que permite explicar la mejora de la dureza global de estas piezas (Figura 6.49f). Sin embargo, la dureza en el interior de las piezas disminuye. Teniendo en cuenta la buena densificación alcanzada con 290 ms, el aumento del tiempo puede provocar un excesivo calentamiento en el interior de la muestra durante la sinterización, disminuyendo su dureza en esta zona.

En la Figura 6.49 se puede ver también la tendencia de la microdureza media, que ha resultado, en general, similar a la medida en el interior de las piezas. La única excepción aparece para 100 MPa (Figura 6.49f). En este caso, para las intensidades de 6.0 y 7.0 kA, se consigue un aumento de la microdureza global conforme aumenta el tiempo de soldadura, mientras que la microdureza en el interior disminuye (Figura 6.49e). Esto se explica, tal y como se ha comentado en el párrafo anterior, teniendo en cuenta la mejora en la densificación de las piezas, con una menor porosidad al aumentar el tiempo de sinterización. Además, hay que tener en cuenta la peor distribución de dureza observada en muestras sinterizadas con tiempos mayores. De hecho, los mejores resultados de microdureza media, además de la mejor distribución de dureza en la sección de la muestra, se obtienen para el valor mínimo de t_{s2} (compacto Al AS61 100 7.0/290), con 40 HV 0.5.

B. Ensayo de compresión

Se ha estudiado la influencia de la intensidad y el tiempo de sinterización en los valores de resistencia máxima alcanzados durante el ensayo de compresión de los compactos de Al AS61, así como el efecto de la presión de compactación. A continuación se presentan los resultados obtenidos.

Efecto de las condiciones de intensidad y tiempo de sinterización

En la Figura 6.50 se ha representado la variación de la presión aplicada frente a la deformación experimentada por el compacto, para cada una de las intensidades y tiempos de sinterización empleados. Se muestran los resultados correspondientes a la presión de consolidación de 100 MPa; siendo la evolución similar para el resto de presiones utilizadas en la fabricación de las piezas.

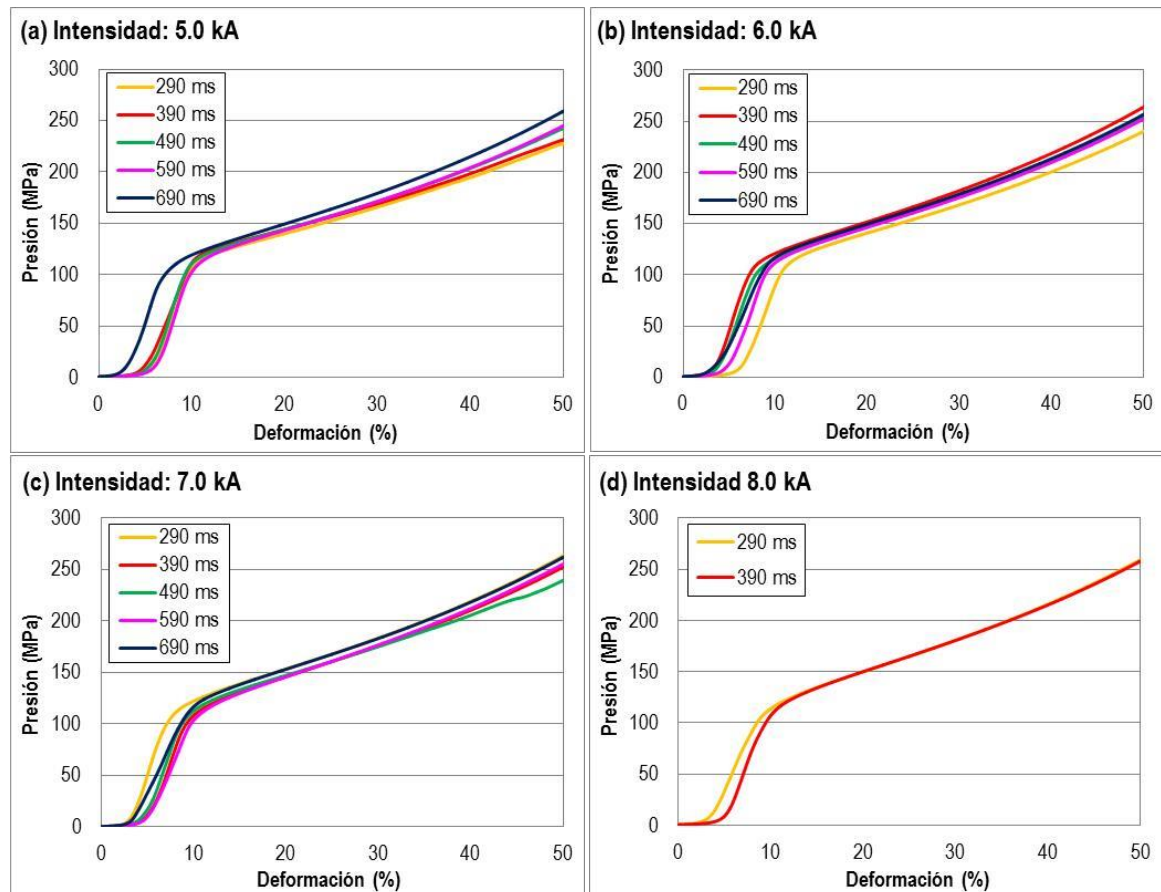


Figura 6.50. Ensayo de compresión de los compactos de Al AS61 consolidados con una presión de 100 MPa, y empleando intensidades de a) 5.0 kA, b) 6.0 kA, c) 7.0 kA, y d) 8.0 kA. Resultados de presión frente al porcentaje de deformación, para los diferentes tiempos de paso.

En general, a partir de una deformación en torno al 3-4%, la presión de compresión soportada empieza a aumentar muy rápido, hasta aproximadamente el 10% de deformación. A partir de este punto, y hasta el final del proceso, incrementos muy pequeños de presión provocan grandes deformaciones en la pieza.

No se observa un efecto importante de la intensidad en los resultados del ensayo de compresión, al contrario de lo que sucede con el resto de propiedades presentadas hasta ahora. Por contra, se aprecia una influencia del tiempo de sinterización: la resistencia de

los compactos, en general, aumenta con el valor de ts_2 . Así, para la intensidad de 5.0 kA, la resistencia máxima aumenta desde 223 MPa para un tiempo de 290 ms, hasta 259 MPa para 690 ms (Figura 6.50a). Al aumentar el tiempo de sinterización, se permite una unión más fuerte entre las partículas, dando una mayor resistencia mecánica a la pieza final. Sin embargo, este comportamiento no ocurre siempre. Por ejemplo, con 6.0 kA, la máxima resistencia se alcanza para el tiempo de 390 ms, con 264 MPa, ligeramente superior a los 256 MPa alcanzados con 590 y 690 ms; y, con 7.0 kA, la máxima se alcanza para el tiempo mínimo, 290 ms, con 263 MPa. Esto es debido a que, tal y como se ha comprobado en los apartados anteriores, con intensidades intermedias, la consolidación ha sido buena incluso para los menores tiempos de sinterización. De hecho, las propiedades de estas muestras, principalmente su microestructura, han resultado, en general, mejor que las de aquellas sinterizadas con tiempos mayores.

En el caso de los 8.0 kA, la resistencia es similar para los dos tiempos: 259 MPa para la muestra 8.0/290, y 257 MPa para la 8.0/390, consecuencia de su similar microestructura similar (Figura 6.47), y porosidad (Figura 6.37).

En cualquier caso, la presión máxima soportada ha resultado siempre dentro del rango entre 230 y 265 MPa, independientemente de las condiciones de sinterización (I_{2i}/ts_2) empleadas; excepto para algunas muestras consolidadas con la menor presión, 80 MPa, y con intensidades más bajas, cuyos valores de resistencia varían entre 190 y 220 MPa.

Prácticamente todos los compactos de aluminio han alcanzado el 50% de deformación durante el ensayo, sin llegar a romper, debido a que se trata de un material dúctil. Únicamente, algunas muestras consolidadas con 80 y 90 MPa, y 5.0 kA, rompieron durante el ensayo. Esto es debido a la peor consolidación de dichos compactos, con valores de porosidad muy superiores a la del resto, entre el 10 y el 12% (apartado 6.5.2). En la Figura 6.51 se muestran imágenes de dos compactos tras el ensayo de compresión, uno de ellos roto durante el ensayo, y el otro con la deformación del 50%.

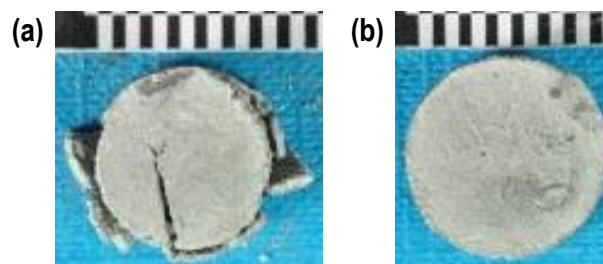


Figura 6.51. Imágenes de compactos tras el ensayo de compresión: a) Al AS61 80 5.0/490, roto durante el ensayo, para una presión de 9.6 MPa y el 28% de deformación; y b) Al AS61 100 8.0/290, con una presión máxima soportada de 259 MPa, y el 50% de deformación.

Efecto de la presión de compactación

También se ha evaluado el efecto de la presión de compactación, empleada durante el proceso de SRE-MF, en los resultados del ensayo de compresión de las piezas. Teniendo en cuenta el conjunto de resultados presentados hasta ahora para los compactos de Al AS61, se han seleccionado una serie de combinaciones de intensidad y tiempo de sinterización. Estas son: 5.0/290, 6.0/490, 7.0/690 y 8.0/290, ya que se trata de condiciones de sinterización que han permitido obtener, en general, compactos con buenas propiedades. La Figura 6.52 muestra los resultados del ensayo de compresión obtenidos para dichas muestras y para las tres presiones de consolidación.

En primer lugar, se observa que la mayor resistencia de compresión se obtiene para la presión de 100 MPa, independientemente de las condiciones de intensidad y tiempo de sinterización.

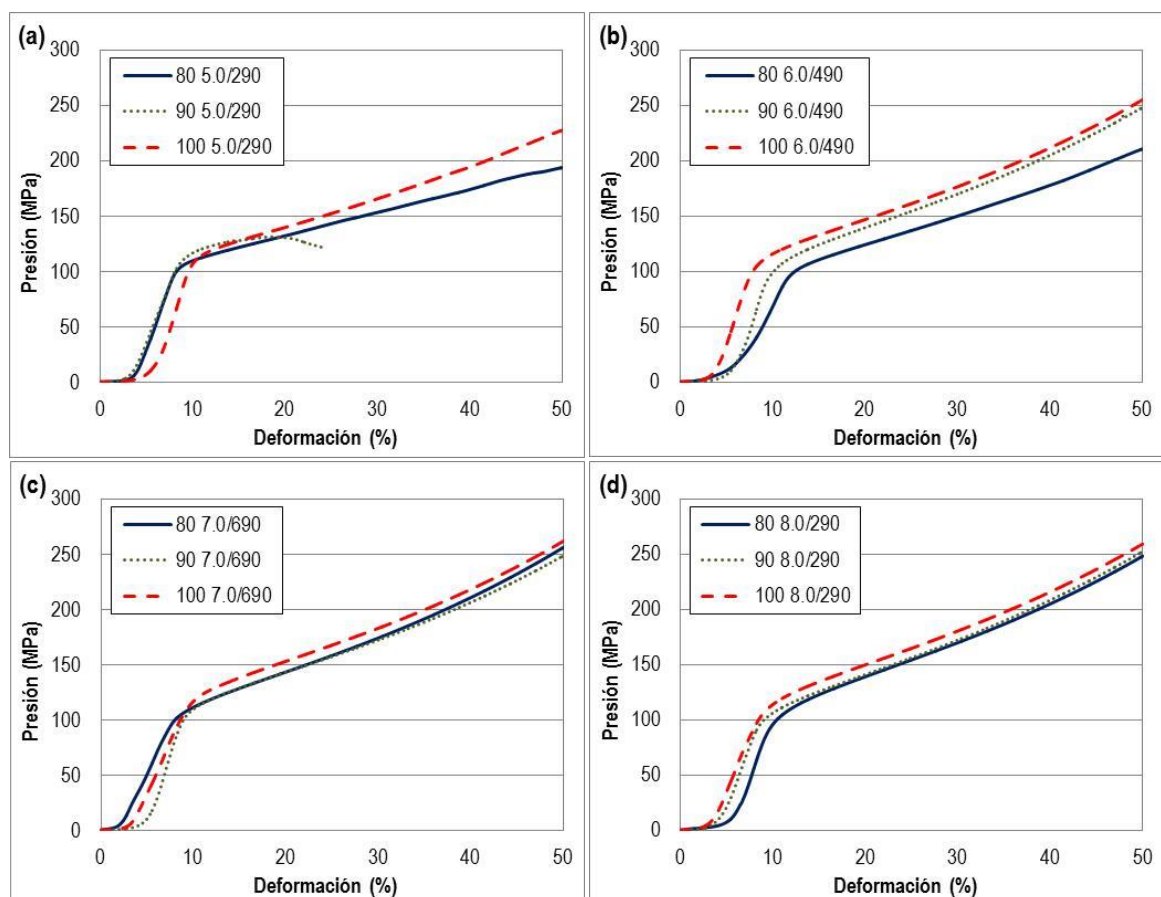


Figura 6.52. Resultados del ensayo de compresión de los compactos de Al AS61: a) 5.0/290, b) 6.0/490, c) 7.0/690, y d) 8.0/290; para las tres presiones de compactación: 80, 90 y 100 MPa.

Para las muestras consolidadas con intensidades más bajas, el efecto de variar la presión es ligeramente más notable, ya que, al aplicar una carga de compactación mayor, mejora la consolidación de las muestras, tal y como se ha comprobado en los apartados anteriores. Así, con las condiciones 5.0/290, la carga máxima soportada fue de 228 MPa para la presión de compactación de 100 MPa, frente a los 194 MPa alcanzados con 80 MPa; y, para 90 MPa, la pieza rompió con una deformación del 25% y 121 MPa (Figura 6.52a). Asimismo, en el caso de las muestras 6.0/490, la resistencia ha sido de 209, 248 y 255 MPa, para la consolidación con presiones de 80, 90 y 100 MPa, respectivamente (Figura 6.52b).

En el caso de las intensidades más altas, la resistencia a compresión se ve menos influenciada por el valor de la presión utilizada. Esto es debido a que, con mayores intensidades, la consolidación de las muestras es mejor, incluso para la compactación con la presión más baja (80 MPa), tal y como se ha visto en los resultados de los compactos de aluminio presentados hasta ahora.

En estas gráficas, los valores mayores de resistencia a compresión se observan para los compactos Al AS61 100 7.0/690, con 262 MPa (Figura 6.52c), y Al AS61 100 8.0/290, con 259 MPa (Figura 6.52d).

Resumiendo los resultados de las propiedades mecánicas de los compactos, se ha comprobado que una buena combinación de microdureza y resistencia a compresión se obtiene en las muestras fabricadas con una presión de compactación de 100 MPa, e intensidades de 7.0 y 8.0 kA.

6.5.6 Evaluación general de resultados

Con el fin de definir los parámetros óptimos de consolidación del polvo de aluminio mediante la técnica de SRE-MF, se ha realizado una valoración conjunta de las principales propiedades estudiadas. Para ello, se ha llevado a cabo un resumen de los resultados presentados anteriormente, para las muestras destacadas en cada uno de los apartados, Figura 6.53 y Tabla 6.10. En este caso, las muestras seleccionadas, por ser aquellas que presentan una mejor combinación de resultados, han sido todas consolidadas empleando una presión de 100 MPa.

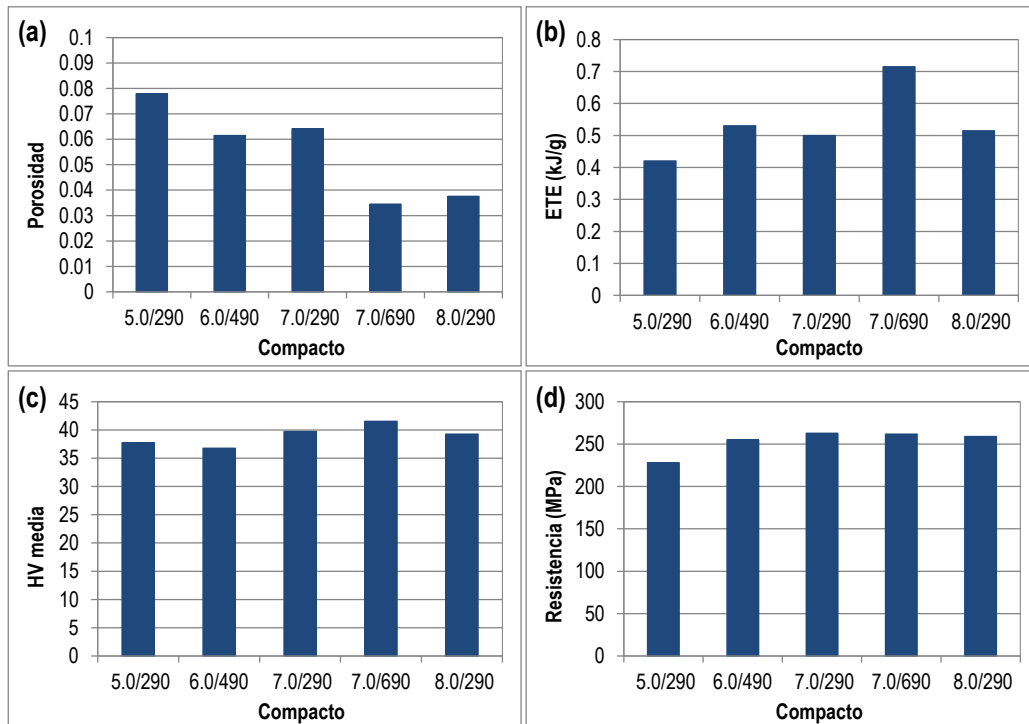


Figura 6.53. Resultados de a) porosidad, b) ETE, c) microdureza HV media, y d) resistencia a compresión; correspondientes a una selección de compactos de Al AS61 fabricados mediante SRE-MF, todos ellos empleando una presión de 100 MPa.

En particular, los mejores resultados de porosidad, microdureza global de la pieza y resistencia mecánica a compresión, se obtienen para el compacto consolidado con 7.0 kA y 690 ms. Sin embargo, la ETE es de 0.72 kJ/g, casi un 50% mayor a la ETE aportada para las otras.

Aunque la cantidad de energía térmica específica aportada durante su proceso de consolidación es mayor para las muestras 7.0/290, 7.0/690 y 8.0/290, esto se compensa con la importante mejora de las propiedades de dichos compactos respecto a las del resto de muestras de aluminio fabricadas en esta Tesis.

Tabla 6.10. Resumen de resultados para una selección de compactos de aluminio AS61 con las mejores propiedades. Todos fabricados con una presión de compactación de 100 MPa.

COMPACTO	5.0/290	6.0/490	7.0/290	7.0/690	8.0/290
Porosidad (%)	7.8	6.2	6.4	3.5	3.8
ETE (kJ/g)	0.42	0.53	0.50	0.72	0.52
HV media	38	37	40	42	39
Resistencia (MPa)	228	255	263	262	259

Asimismo, en el caso de la muestra Al AS61 100 7.0/290, aunque su porosidad es más alta (con un 6.4%, frente al 3.5% de la 7.0/690, y el 3.8% de la 8.0/290), sus propiedades mecánicas son buenas. Comparada con la 8.0/290, tanto la microdureza como la resistencia a compresión ha resultado mayor para la 7.0/290; y, respecto a la 7.0/690, la resistencia es mayor. De hecho, aunque la microdureza media del compacto 7.0/290 es algo más baja que la del 7.0/690, la distribución de dureza ha sido mejor en el primer caso, además de presentar una microdureza en el interior de 45 HV 0.5, frente a los 41 HV 0.5 obtenidos para la otra muestra.

Por tanto, se puede considerar que una buena combinación de propiedades para los compactos de aluminio se obtiene empleando una presión de 100 MPa, 7.0 kA de intensidad y un tiempo de paso de 290 ms.

6.6 Compactos de níquel T255

6.6.1 Energía térmica específica

La energía térmica específica, ETE, aportada durante el proceso de consolidación de los compactos de níquel se ha obtenido, al igual que para el resto de materiales, según el procedimiento experimental descrito en el apartado 4.4.1 del Capítulo 4. A continuación se muestran los resultados obtenidos con las tres presiones, en función de la intensidad y para los diferentes tiempos de sinterización, Figura 6.54.

En general, la ETE aumenta conforme se incrementan tanto la intensidad como el tiempo de paso. Además, se puede ver que la evolución presenta una tendencia más uniforme que la obtenida para los compactos de hierro (apartado 6.4.1) y aluminio (apartado 6.5.1). Esto es debido a que, en el caso del níquel, la resistividad eléctrica del óxido que rodea las partículas de polvo es muy baja, facilitando la regulación de la intensidad al inicio del paso de corriente, tal y como comentó en el apartado 6.3.2. Al no presentar picos dicha curva de intensidad, el área encerrada bajo dicha curva es, por tanto, el área de un rectángulo de base igual al valor de t_{s2} , y altura I_{2i} . Y, teniendo en cuenta que la ETE se calcula a partir de dicha área, cabe esperar una evolución progresiva de dicha energía con ambos parámetros variables.

Asimismo, se observa que la ETE necesaria para la consolidación de los compactos es menor cuando se aplica una mayor presión de compactación. Por ejemplo, para el compacto Ni T255 80 11.0/490 se tiene una ETE aportada de 0.42 kJ/g (Figura 6.54a), mientras

que este valor disminuye hasta 0.35 kJ/g para la presión de 90 MPa (Figura 6.54b), y 0.32 kJ/g para 100 MPa (Figura 6.54c).

Por otro lado, a partir de intensidades superiores a 9.0 kA, el valor de la ETE comienza a presentar oscilaciones. Esto se observa en el caso de la presión de 80 MPa para todos los tiempos (Figura 6.54a), y en algunos casos para las presiones de 90 y 100 MPa (Figura 6.54b y c). Este efecto se puede explicar por el aumento del área bajo la curva de resistencia eléctrica durante la sinterización. Al aplicar una mayor intensidad y/o tiempos, la porosidad de la masa de polvo/compacto tiende a disminuir hacia un valor más bajo y, por consiguiente, la curva de resistencia tarda más tiempo en estabilizarse. Dicha función, $R(t)$, aparece en la integral empleada para el cálculo de la energía térmica disipada (apartado 2.2.4.H, Ecuación M21), de forma que, si aumenta el área bajo esta curva, también lo hará el valor de la energía.

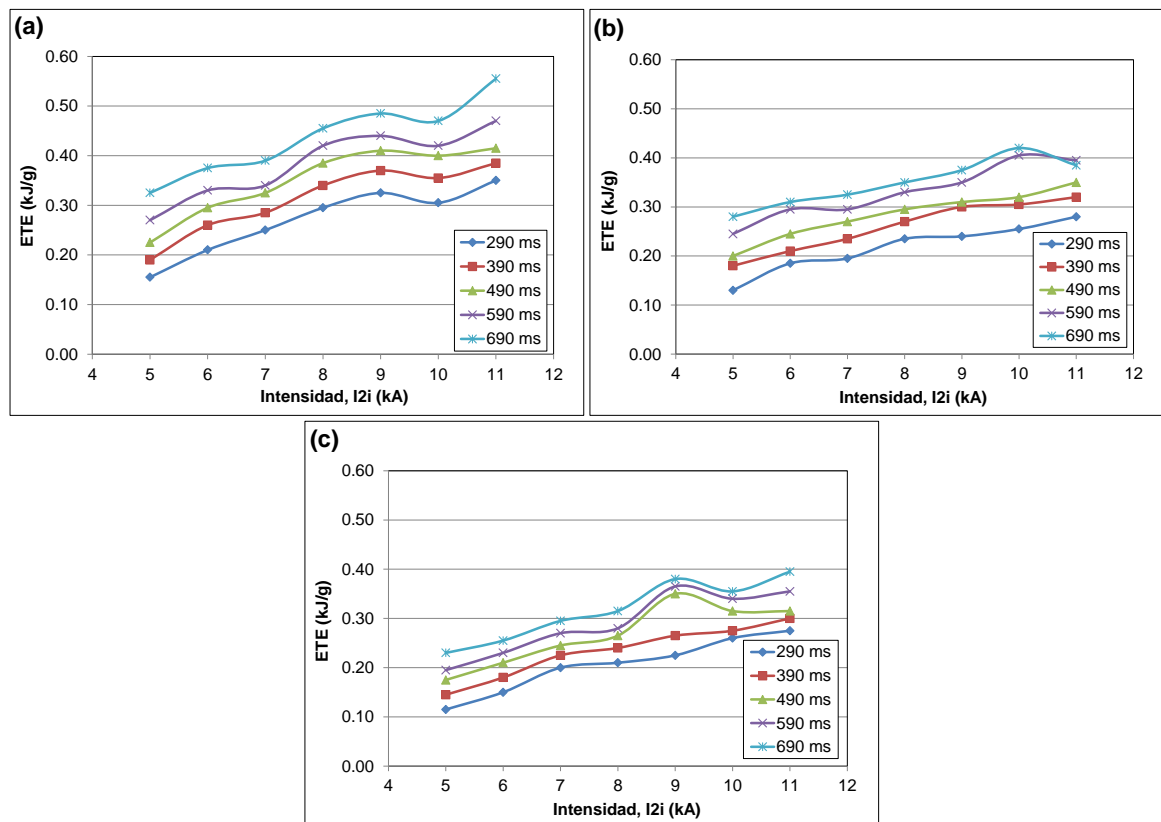


Figura 6.54. Resultados de ETE de los compactos de Ni T255 fabricados por SRE-MF, en función de la intensidad y para los diferentes tiempos de sinterización; empleando presiones de a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa.

6.6.2 Porosidad

La Figura 6.55 muestra los resultados de porosidad de los compactos de níquel T255, en función de la intensidad (I_{2i}) y para cada tiempo de sinterización (ts_2), correspondientes a las tres presiones de compactación empleadas.

En primer lugar, se puede ver que la porosidad disminuye conforme aumenta la intensidad, siguiendo una tendencia claramente lineal, y sin llegar a estabilizarse en un valor constante. Asimismo, la porosidad también es menor cuando se incrementa el tiempo de paso de la corriente. Esto es debido a que, al aumentar el valor de ambos parámetros (I_{2i} , ts_2), la ETE aportada durante el proceso de sinterización es mayor, lo cual conlleva un mayor aumento de la temperatura del sistema y, por consiguiente, una mayor densificación del polvo. Por ejemplo, para la presión de 90 MPa, la porosidad disminuye desde el 47.6% obtenido para la muestra 5.0/290, hasta el 24.1% de la 11.0/690 (Figura 6.55b).

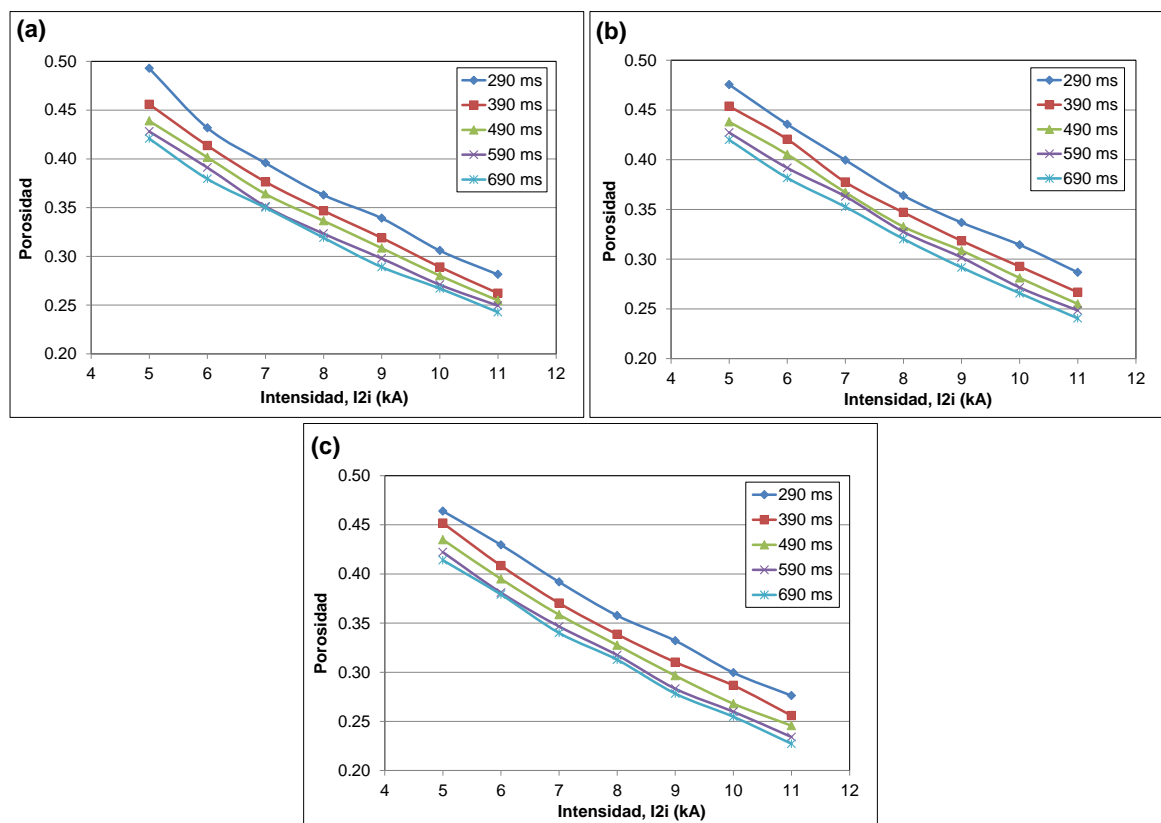


Figura 6.55. Porosidad de los compactos de Ni T255 fabricados mediante SRE-MF, con presiones de a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa. Resultados en función de la intensidad y el tiempo de sinterización.

Aunque con un efecto menos importante, también se consigue reducir la porosidad de los compactos aplicando una mayor carga de compresión durante su consolidación. Esto

es debido a que se reduce el espacio vacío entre las partículas de polvo, lo cual se traduce en una reducción de poros en el compacto final. Este efecto es algo más notable para el caso de valores pequeños de intensidad y tiempo. Así, para la muestra 5.0/290, la porosidad obtenida con 80 MPa es de 49.3% (Figura 6.55a), y se reduce hasta 47.6% y 46.4% con las presiones de 90 y 100 MPa, respectivamente (Figura 6.55b y c).

Los valores de porosidad de los compactos de Ni T255 son mayores que los alcanzados para los compactos de hierro (apartado 6.4.2) y aluminio (apartado 6.5.2) fabricados por la misma técnica de SRE-MF. Esto es debido a la morfología filamentosa del polvo de níquel, con una densidad aparente y de golpeo muy diferentes a su densidad absoluta (0.6 g/cm^3 y 1.25 g/cm^3 , frente a 8.91 g/cm^3 ; Tabla 5.8, apartado 5.2, Capítulo 5), lo cual no ocurre en el caso de los otros polvos de partida empleados. Entonces, se parte de una masa de polvo con una gran cantidad de huecos entre las partículas, y, aunque se empleen las máximas condiciones posibles de presión, intensidad y tiempo de paso, la porosidad se estabiliza durante el proceso sin llegar a eliminar los poros entre las partículas del compacto consolidado.

Además, se ha representado la porosidad de los compactos en función de los valores de ETE aportada durante su consolidación, Figura 6.56. Al seguir estos parámetros una variación uniforme con las condiciones de sinterización, la relación entre ambos presenta una tendencia igualmente clara: la porosidad decrece de forma lineal conforme aumenta la ETE.

Por otro lado, en las gráficas se observa una separación en las series de resultados correspondientes a los diferentes tiempos, lo cual indica que una misma porosidad se puede alcanzar con diferentes valores de ETE aportada, según la combinación de intensidad y tiempo empleada. Esta diferencia de energía es más notable para las presiones de 80 y 90 MPa. Como ejemplo, en la Figura 6.57a se ha representado una línea horizontal correspondiente a una porosidad del 29.0%, la cual se obtiene para tres muestras consolidadas con 90 MPa: la 11.0/290, con el menor aporte de ETE, de 0.28 kJ/g ; frente a 0.31 kJ/g de la 10.0/390 y 0.38 kJ/g de la 9.0/690. Esto es debido a la evolución de la porosidad durante la experiencia de sinterización, la cual disminuye más lentamente a partir de aproximadamente 300-400 ms desde el comienzo de paso de la corriente eléctrica, tal y como se ha visto en el apartado 6.3.3. Transcurrido este tiempo, aunque la porosidad sigue disminuyendo si se prolonga el tiempo de sinterización, es más importante el aumento de la ETE disipada.

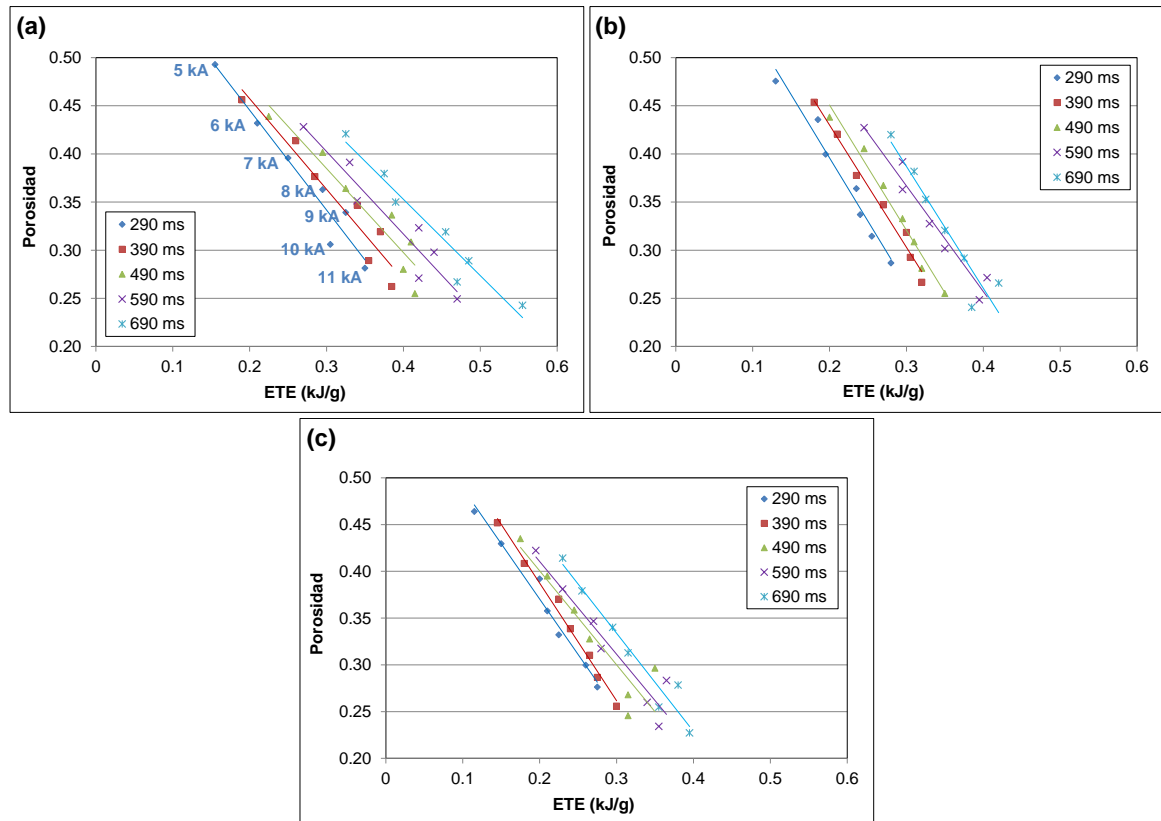


Figura 6.56. Variación de la porosidad en función de la ETE, de los compactos de Ni T255 consolidados con presiones de a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa. Resultados correspondientes a cada intensidad, en series de diferentes tiempos de sinterización.

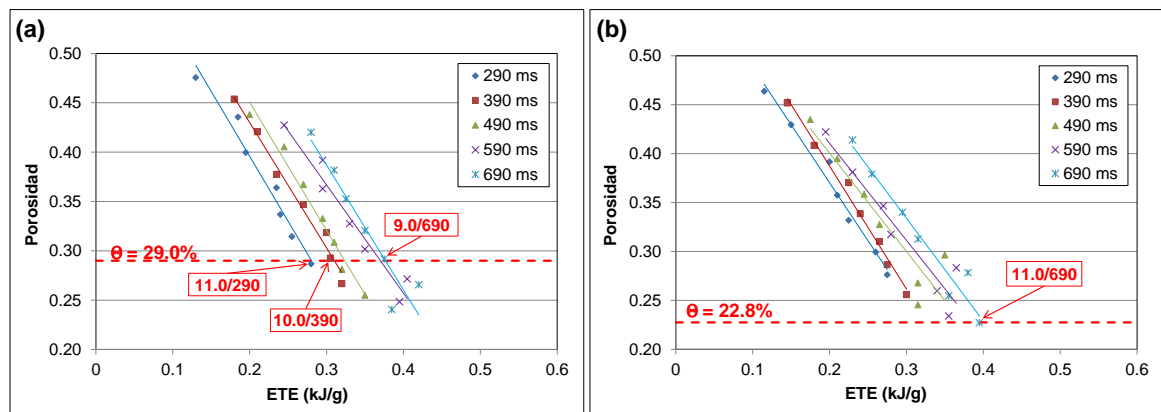


Figura 6.57. Detalle de compactos de Ni T255 con una misma porosidad, obtenida con diferentes condiciones de sinterización. Resultados de porosidad frente a ETE, para las presiones de a) 90 MPa, y b) 100 MPa.

En cualquier caso, hay que tener en cuenta que la mínima porosidad se alcanza siempre aumentando las condiciones de intensidad y tiempo de paso, aunque esto suponga un mayor aporte de energía térmica (ya que, al aumentar la intensidad, la porosidad puede llegar a disminuir aún más durante este periodo de lenta densificación). Así, con la presión

de 100 MPa, la porosidad mínima se obtiene para el compacto 11.0/690, con un 22.8% y una ETE aportada de 0.40 kJ/g (Figura 6.57b).

6.6.3 Resistividad eléctrica

La Figura 6.58 muestra los resultados de resistividad eléctrica de los compactos de Ni T255, en función de la intensidad (I_{2i}) y cada serie de tiempo de sinterización (t_{s2}), para cada una de las tres presiones de compactación.

En estas gráficas se puede ver que la resistividad cae a medida que se aumenta la intensidad, siguiendo una evolución exponencial decreciente. Para intensidades hasta 9 kA, se observa que la resistividad disminuye conforme se incrementa el tiempo de sinterización, debido a la mayor densificación de las piezas.

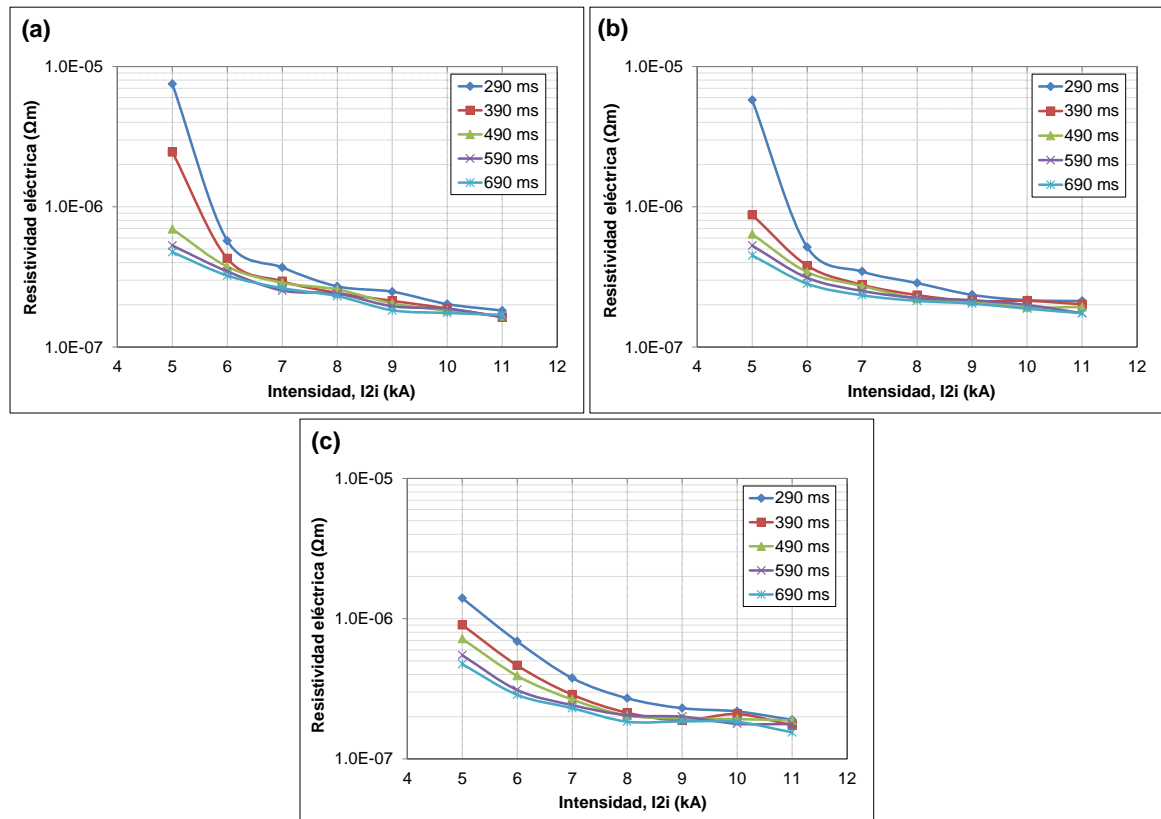


Figura 6.58. Resistividad eléctrica de los compactos de Ni T255 fabricados mediante SRE-MF, en función de la intensidad y el tiempo de sinterización. Resultados obtenidos para a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa.

A partir de los 9 kA, la resistividad de los compactos se estabiliza. Esto se puede explicar porque se alcanza, para este material y las densificaciones obtenidas a partir de dicha intensidad, la mínima resistencia posible al paso de la corriente eléctrica. Esto ocurre para

las tres presiones de compactación y los diferentes tiempos de sinterización, manteniéndose la resistividad de los compactos entre $1.5\text{-}2.1 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot \text{m}$ para intensidades entre 9 y 11 kA; y quedará constatado más adelante, en las gráficas de resistividad-porosidad (Figura 6.60).

Comparando las gráficas de las tres figuras, se puede ver el efecto de variar la presión. Únicamente en el caso de las presiones de 80 y 90 MPa (Figura 6.58a y b), la disminución de la resistividad con el aumento de las condiciones de sinterización (I_2t/t_s^2) es algo más notable, respecto a los valores obtenidos con 100 MPa (Figura 6.58c). El motivo es que la porosidad disminuye desde valores más altos, correspondientes a los compactos consolidados con las intensidades más bajas. En cualquier caso, en las gráficas se puede ver que los valores de resistividad de las muestras 5.0/290 han resultado, para las tres presiones, del orden de los $10^{-6} \Omega \cdot \text{m}$.

A. Resistividad eléctrica frente a energía térmica específica

Se ha estudiado la evolución de la resistividad eléctrica de los compactos de Ni T255 en función de los resultados de ETE obtenidos para cada uno de ellos. La Figura 6.59 muestra los resultados obtenidos para cada una de las presiones, correspondientes a las diferentes intensidades y tiempos de sinterización.

En los tres casos se observa una evolución uniforme, lo cual era de esperar teniendo en cuenta la clara tendencia seguida por la ETE con las condiciones de sinterización (Figura 6.54), así como por la resistividad (Figura 6.58). La resistencia eléctrica de los compactos disminuye conforme aumenta la ETE aportada durante su consolidación, debido a la mejor densificación de las piezas finales.

Por otro lado, se observa que la menor resistividad se alcanza para diferentes valores de ETE. Esto es debido a que, a partir de 9 kA, un incremento de las condiciones de intensidad y tiempo no hace disminuir de forma significativa la resistividad, tal y como se ha comprobado en la Figura 6.58, mientras que sí provoca un aumento de la ETE (apartado 6.6.1).

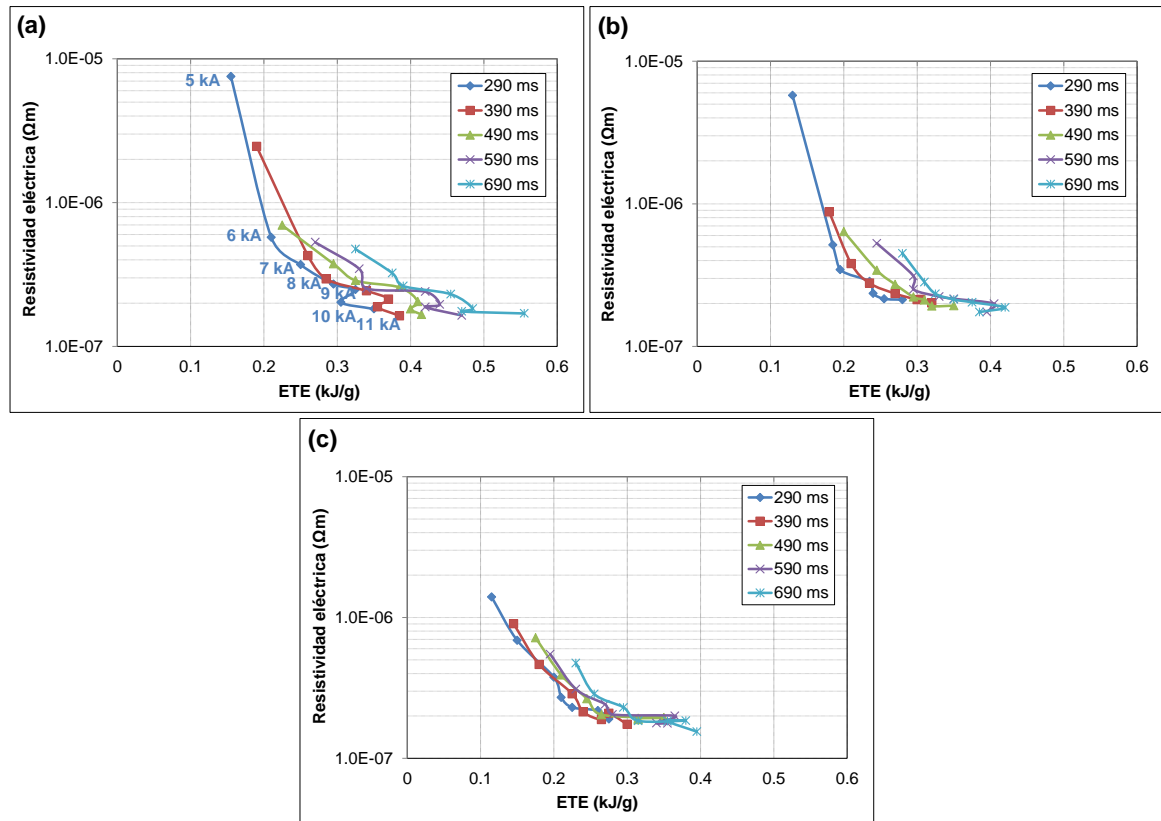


Figura 6.59. Resultados de resistividad eléctrica frente a la ETE, de los compactos de Ni T255 consolidados con presiones de a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa.

B. Resistividad eléctrica frente a porosidad

Por último, se ha representado la evolución de la resistividad de los compactos en función de su porosidad, Figura 6.60. En este caso, no ha sido necesario representar la línea de tendencia, ya que la unión de los valores para cada serie de datos experimentales sigue una evolución clara y uniforme. De hecho, al igual que ocurría con los compactos de hierro (apartado 6.4.3.B), las series de resultados correspondientes a las diferentes condiciones de I_2t/ts_2 se solapan. Esto indica que la resistividad de los compactos es directamente proporcional a la porosidad final de la pieza, independientemente de la evolución de ambas magnitudes globales durante la experiencia.

Por otro lado, se ha comprobado que, para valores de porosidad por debajo de aproximadamente el 30%, la resistividad de los compactos no varía de forma importante. Esto es debido a que, a pesar de ser una porosidad bastante alta, la resistividad alcanza el valor mínimo posible para el caso del níquel y con las condiciones de consolidación empleadas en cada caso. Además, dicho valor umbral de porosidad se alcanza, para las tres presiones,

a partir de los 9 kA (Figura 6.55); y se corresponde con el valor de la intensidad a partir de cual se estabiliza la resistividad eléctrica de los compactos (Figura 6.58).

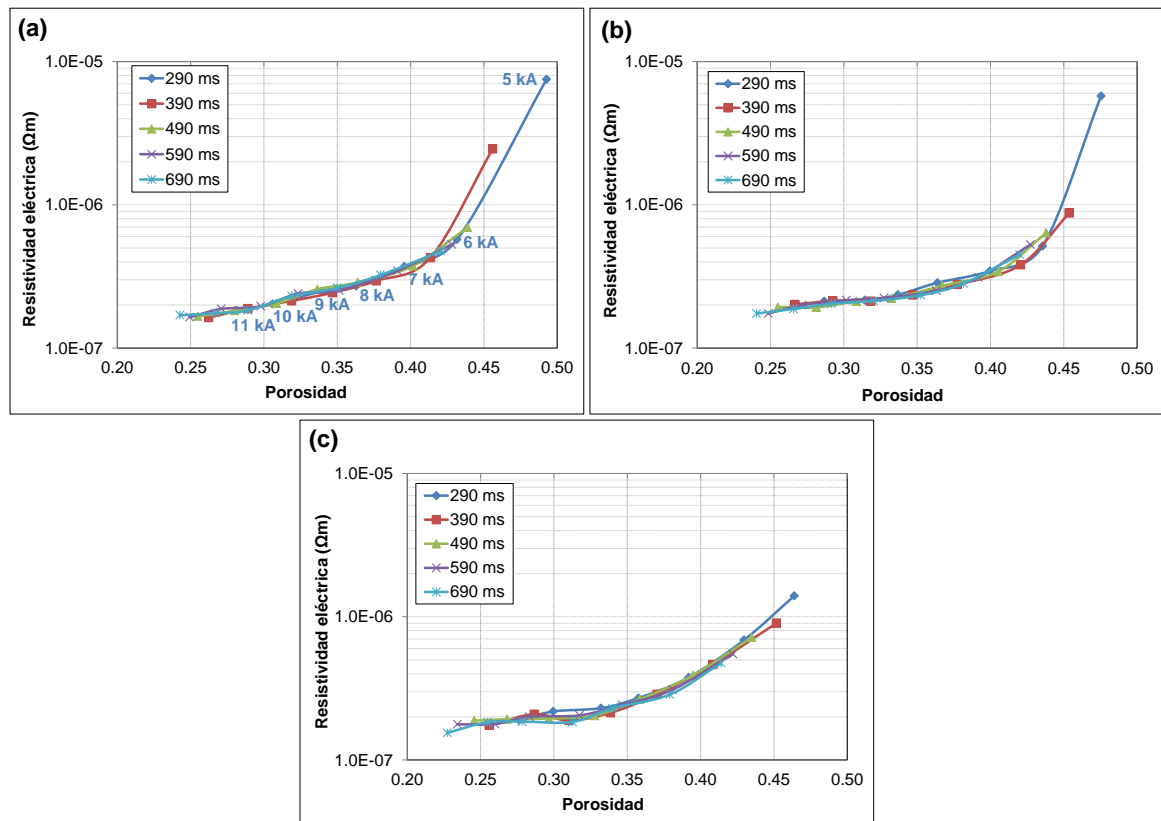


Figura 6.60. Resistividad eléctrica de los compactos de Ni T255 en función de su porosidad. Resultados para las tres presiones empleadas en la SRE-MF: a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa.

Resumiendo los resultados vistos hasta aquí para los compactos de níquel, se puede decir que, a pesar de que la ETE aportada para su proceso de consolidación sea mayor, la porosidad es notablemente menor para las condiciones máximas de presión, intensidad y tiempo de paso. Aunque la resistividad eléctrica de los compactos no decrece de forma importante a partir de los 9.0 kA, sí lo hace su porosidad, por lo que, tras una primera parte de este estudio, se puede decir que los mejores compactos se obtienen con 100 MPa, 11 kA y 690 ms.

6.6.4 Análisis estructural de los compactos

Para la caracterización de los compactos de Ni T255 se ha llevado a cabo, al igual que para el resto de materiales, el estudio de las macrografías de las muestras obtenidas con cada una de las combinaciones de presión, intensidad y tiempo de sinterización. Además, para

completar este estudio, se han estudiado las micrografías de una selección de estas muestras.

A. Macrografías

En este apartado se muestra una selección de las macrografías de compactos de Ni T255 obtenidas, para cada una de las presiones de compactación utilizadas: 80 MPa, Tabla 6.11; 90 MPa, Tabla 6.12; y 100 MPa, Tabla 6.13. En este caso, se han incluido las imágenes de las muestras atacadas, ya que estas revelan más información que las de las muestras únicamente pulidas.

En primer lugar, para una misma presión, se puede ver que el acabado superficial de las muestras mejora conforme se incrementa el valor de la intensidad y el tiempo de sinterización. Por ejemplo, comparando la macrografía de los compactos 5.0/290 y 11.0/690 fabricados con 80 MPa, se observa una importante mejora en la consolidación de la segunda, así como unos bordes mejor definidos (Tabla 6.11). Asimismo, es destacable la importante variación de la altura de la pieza, debido al diferente grado de densificación en cada caso, lo cual se corresponde con los valores de porosidad obtenidos (49.3% para el Ni T255 80 5.0/290, frente a 24.3% del Ni T255 80 11.0/690; Figura 6.55).

Tabla 6.11. Conjunto de macrografías de compactos (atacados) de Ni T255 fabricados por SRE-MF empleando una presión de 80 MPa.





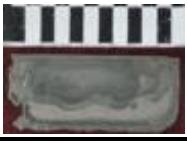







I2i ts2	5.0 kA	7.0 kA	9.0 kA	11.0 kA
290 ms	Ni T255 80 5.0/290 	Ni T255 80 7.0/290 	Ni T255 80 9.0/290 	Ni T255 80 11.0/290 
490 ms	Ni T255 80 5.0/490 	Ni T255 80 7.0/490 	Ni T255 80 9.0/490 	Ni T255 80 11.0/490 
690 ms	Ni T255 80 5.0/690 	Ni T255 80 7.0/690 	Ni T255 80 9.0/690 	Ni T255 80 11.0/690 

Tabla 6.12. Macrografías de las muestras atacadas de Ni T255, fabricadas mediante SRE-MF utilizando 90 MPa de presión de compactación.

























I2i	5.0 kA	7.0 kA	9.0 kA	11.0 kA
ts2				
290 ms	Ni T255 90 5.0/290 	Ni T255 90 7.0/290 	Ni T255 90 9.0/290 	Ni T255 90 11.0/290 
490 ms	Ni T255 90 5.0/490 	Ni T255 90 7.0/490 	Ni T255 90 9.0/490 	Ni T255 90 11.0/490 
690 ms	Ni T255 90 5.0/690 	Ni T255 90 7.0/690 	Ni T255 90 9.0/690 	Ni T255 90 11.0/690 

Tabla 6.13. Selección de compactos de Ni T255 consolidados con 100 MPa de presión. Macrografías de las muestras atacadas.

I2i	5.0 kA	7.0 kA	9.0 kA	11.0 kA
ts2				
290 ms	Ni T255 100 5.0/290 	Ni T255 100 7.0/290 	Ni T255 100 9.0/290 	Ni T255 100 11.0/290 
490 ms	Ni T255 100 5.0/490 	Ni T255 100 7.0/490 	Ni T255 100 9.0/490 	Ni T255 100 11.0/490 
690 ms	Ni T255 100 5.0/690 	Ni T255 100 7.0/690 	Ni T255 100 9.0/690 	Ni T255 100 11.0/690 

En cuanto a la presión de compactación, también se aprecia una mejora del acabado superficial de las muestras en sus macrografías al incrementar dicho parámetro. Este efecto es menos importante, y ocurre, principalmente, cuando se emplean menores valores de I2i

y ts2. Por ejemplo, en las imágenes de la muestra 5.0/290 de las tres tablas se puede ver que, con 100 MPa, se consigue mejorar la consolidación de la pieza (Tabla 6.13) respecto a las otras dos presiones (Tabla 6.11 y Tabla 6.12); aunque en ninguno de estos casos se ha conseguido una buena densificación de la pieza ni un buen acabado de los bordes.

Las macrografías de los compactos de níquel no dan información sobre la porosidad de dichas muestras. Solo se aprecia porosidad en el caso de las muestras peor densificadas, estando concentrada principalmente en las zonas de los bordes. A pesar de tener una porosidad superior a la de los compactos de hierro y aluminio, el tamaño de los poros en los compactos de Ni T255 es muy pequeño, lo cual quedará justificado en las micrografías presentadas en el siguiente apartado.

No obstante, sí se observa la formación de unas marcas, en la mayoría de los casos en la zona central de las muestras, así como en los bordes superior e inferior. Como ejemplo, en la Figura 6.61 se muestran las macrografías de dos compactos, antes y después del ataque con el reactivo aplicado para el estudio de su microestructura. En algunos casos, en la macrografía de la muestra pulida ya se apreciaba levemente esta marca (Figura 6.61c), la cual, tras el ataque, queda claramente visible (Figura 6.61d). En otros casos, la muestra pulida no presentaba ninguna marca o defecto (Figura 6.61a) y, sin embargo, una vez atacada, se revela esta marca en su macrografía (Figura 6.61b).

Estas marcas, que aparecen en las macrografías de los compactos de níquel, son debidas a una concentración diferencial de la porosidad de las muestras, lo cual se acentúa en aquellas con una mayor porosidad. Por ejemplo, este efecto se puede ver en la macrografía del Ni T255 80 5.0/290, debido a la mayor porosidad en los bordes superior e inferior (Tabla 6.11).

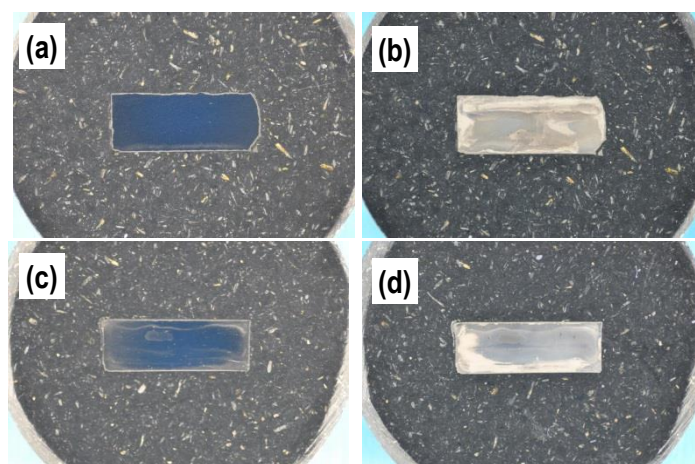


Figura 6.61. Diferencia en las macrografías de los compactos pulidos (izquierda) y atacados (derecha), para las muestras a) y b) Ni T255 100 7.0/490, c) y d) Ni T255 100 11.0/290.

B. Micrografías

Se han seleccionado los compactos fabricados con unas condiciones de sinterización mínima (5.0/290), intermedia (8.0/490) y máximas (11.0/690), para las tres presiones de compactación, Figura 6.62a. Esto ha permitido estudiar la influencia de la intensidad y el tiempo de sinterización en la microestructura de las piezas obtenidas, así como el efecto de la presión de compactación.

A continuación se muestran los resultados de ambos estudios. En los dos casos se han analizado dos zonas donde se ha observado, para algunas muestras, una notable diferencia en su densificación. Se han tomado imágenes tanto en el centro como en los bordes de las muestras, correspondientes al interior y las superficies planas del compacto (Figura 6.62b), al igual que se hizo con los compactos de hierro.

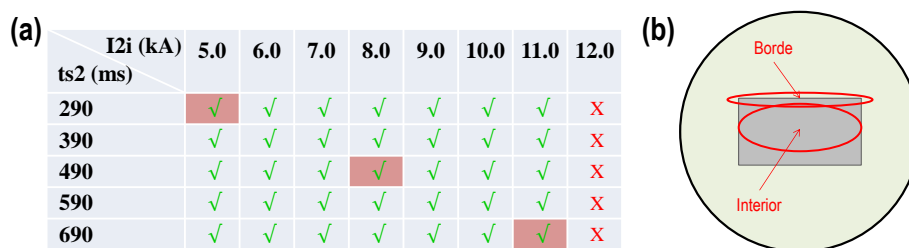


Figura 6.62. a) Selección de muestras de níquel analizadas con el microscopio óptico; y b) esquema de las diferentes zonas estudiadas.

Efecto de las condiciones de intensidad y tiempo de sinterización

En primer lugar, se han analizado las micrografías de los compactos pulidos, antes de ser atacadas, con el fin de estudiar la diferencia de porosidad y otros defectos superficiales presentes en las micrografías. Comparando las imágenes de diferentes muestras, para una misma presión, se ha comprobado la influencia de variar la intensidad y el tiempo de paso. En la Figura 6.63 se han incluido las micrografías de la selección de muestras consolidadas con 100 MPa. No obstante, los resultados han sido similares para las otras dos presiones.

Se puede ver que la porosidad disminuye conforme se aumentan los valores de I2i y ts2, lo cual es debido a la mayor temperatura alcanzada durante el proceso de sinterización del polvo, y se corresponde con los valores de porosidad obtenidos para dichos compactos (Figura 6.55). Así, la menor porosidad se observa en la micrografía de la muestra 11.0/690 (Figura 6.63e y f).

Además, se puede ver que el tamaño de los poros es muy pequeño, explicándose así que no sean apreciables en las macrografías de los compactos (apartado 6.4.4.A). Únicamente aparecen algunos poros más grandes de forma puntual, lo cual ocurre para todas las muestras, incluso para las mejor consolidadas.

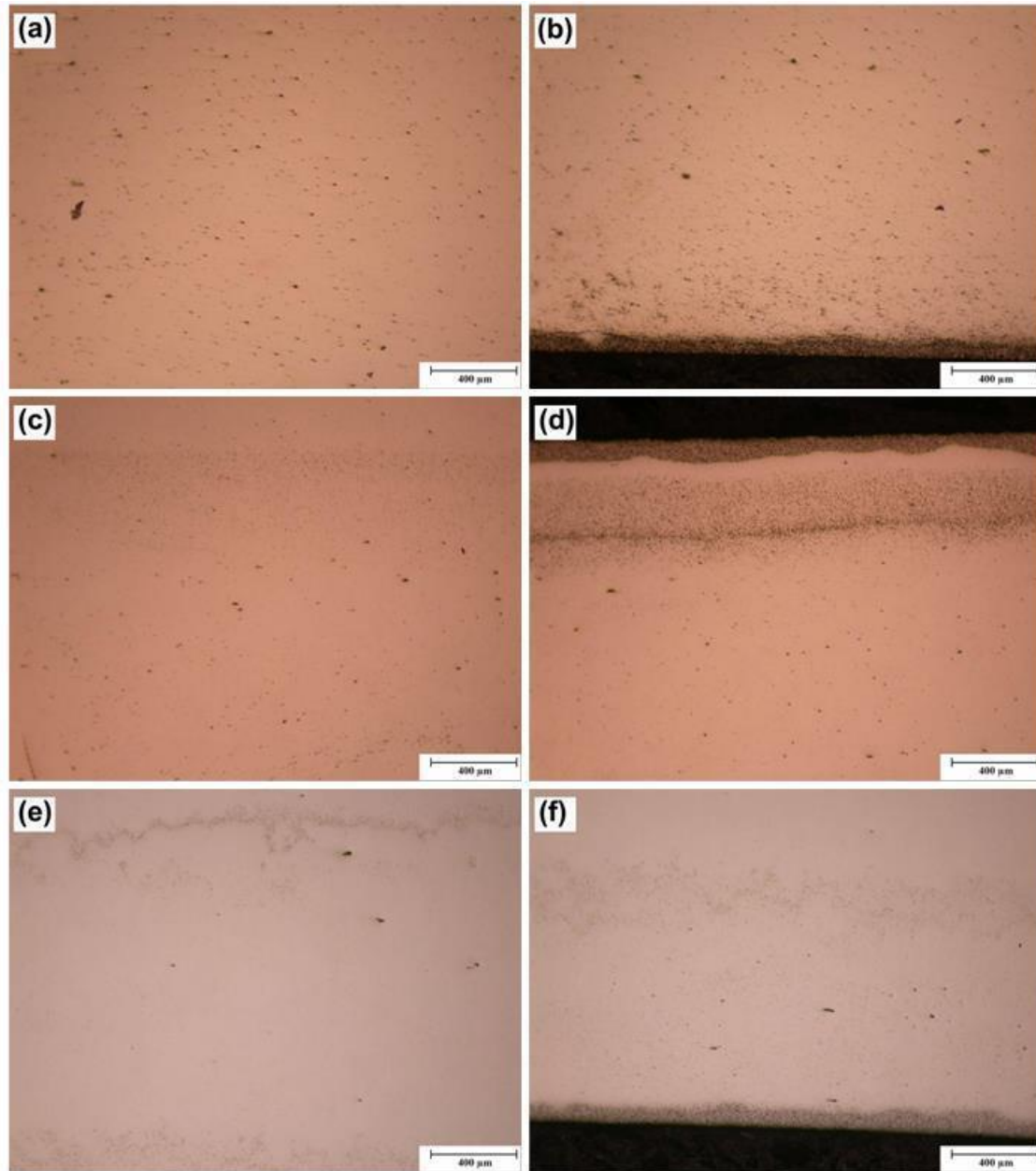


Figura 6.63. Micrografías de los compactos de níquel consolidados con una presión de 100 MPa. Imágenes de la zona interior (izquierda) y del borde (derecha), de las muestras sin atacar: a) y b) 5.0/290; c) y d) 8.0/490; e) y f) 11.0/690.

Por otro lado, se observa una concentración de porosidad en los bordes de los compactos, correspondientes a las superficies planas de las piezas, siendo mayor para las mues-

tras peor densificadas, como la 5.0/290 y la 8.0/490 (Figura 6.63b y d). Este hecho, entre otras causas, permite explicar el gran valor de porosidad obtenido para estos compactos, del 46.4 y 32.8% respectivamente, ya que la porosidad en el resto de la sección es menor y con poros muy pequeños.

En el caso de las muestras consolidadas con mayores intensidades, aparece una marca con forma aproximadamente ovalada en el centro de la sección, debido a una concentración de poros en esta zona. Esto puede explicarse debido a la alta temperatura alcanzada en esta zona durante el proceso de sinterización, que puede provocar la formación de gases, los cuales no pueden llegar a ser evacuados si el polvo consolida demasiado rápido. No obstante, la porosidad en el resto de la sección de las muestras queda repartida de forma uniforme, tanto fuera como dentro de dicho óvalo de pequeños poros.

Después del estudio de las micrografías de las muestras pulidas, se han obtenido imágenes tras el ataque, para ver el efecto de las condiciones de sinterización en la microestructura del compacto final. A continuación se muestran las micrografías para cada una de las muestras anteriores: 5.0/290, Figura 6.64; 8.0/490, Figura 6.65; y 11.0/690, Figura 6.66.

En primer lugar, se puede ver con más claridad la elevada porosidad del compacto 5.0/290 (Figura 6.64), ya observada en la micrografía de la muestra sin atacar (Figura 6.63a).

Comparando las micrografías de las tres muestras (Figura 6.64, Figura 6.65 y Figura 6.66), se puede ver que el tamaño de grano es similar para las diferentes condiciones de sinterización, cuyos valores han resultado ser de 3.6 μm para la muestra 5.0/290, 2.9 μm para la 8.0/490, y 2.8 μm la 11.0/690.

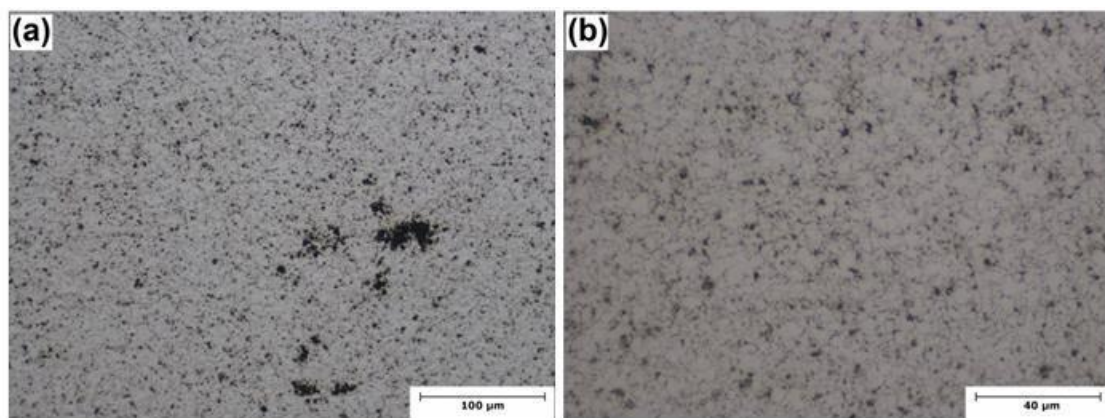


Figura 6.64. Micrografías del Ni T255 100 5.0/290. Imágenes de la muestra atacada a diferentes aumentos.

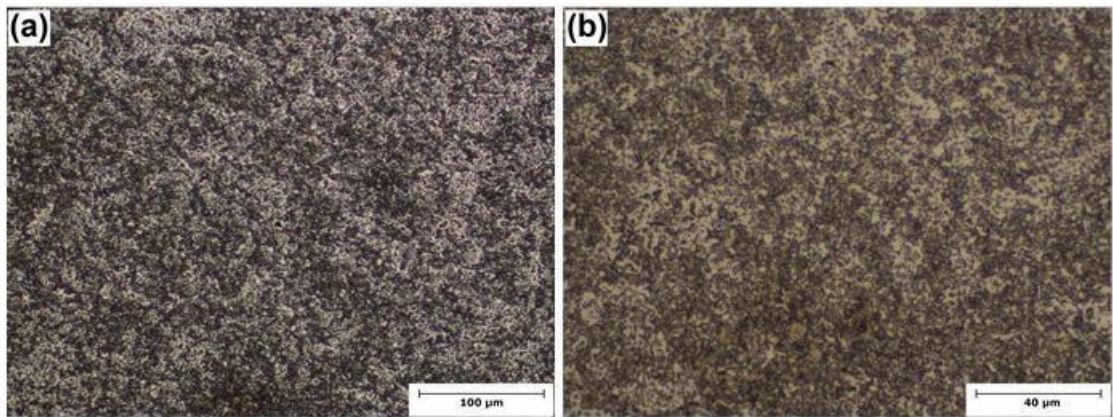


Figura 6.65. Micrografías de la muestra Ni T255 100 8.0/490, atacada y a diferentes aumentos.

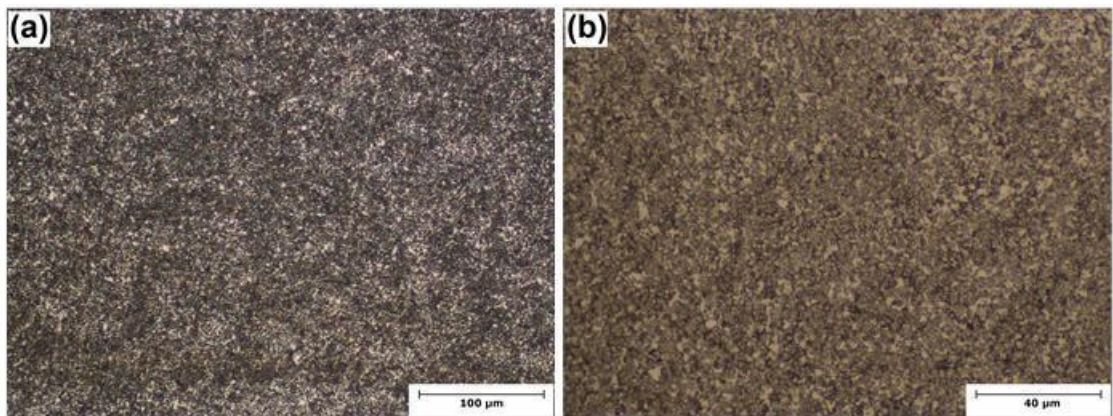


Figura 6.66. Imágenes de microscopía óptica, a diferentes aumentos, del compacto Ni T255 100 11.0/690, después del ataque.

Tal y como se ha comentado en el análisis de las macrografías de las muestras de níquel (apartado 6.6.4.A), tras el ataque de estas muestras se observan granos con tonos más y menos oscuros. Esto se puede explicar teniendo en cuenta la dificultad para controlar el proceso de ataque de las muestras, anteriormente comentada, haciendo que muchas de ellas queden sobreatacadas durante la preparación metalográfica. Las zonas con diferente color se corresponden, por tanto, a cristales cuya orientación los hace más reactivos al ataque.

Otra explicación podría ser la posible formación de diferentes fases, pero esta hipótesis ha quedado descartada después del estudio mediante difracción por rayos X de estas muestras. En la Figura 6.67 se ha incluido el difractograma obtenido para el compacto Ni T255 100 11.0/690, y, como referencia, el correspondiente al polvo de níquel T255. Se observa que ambos difractogramas presentan los mismos picos, lo cual indica que las fases presentes en el compacto final son las mismas que las identificadas en el polvo de partida.

Además, tampoco se aprecia un ensanchamiento de picos que indiquen crecimiento del tamaño de cristalito.

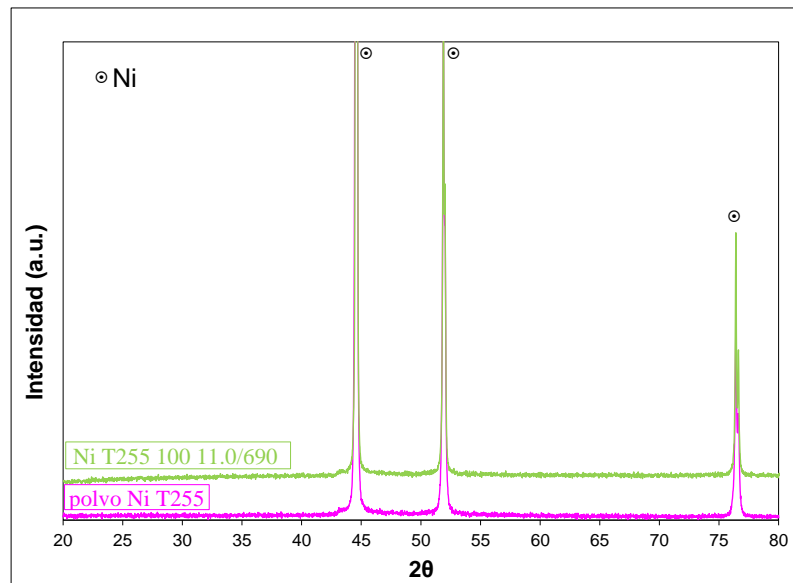


Figura 6.67. Difracción de rayos X del compacto Ni T255 100 11.0/690, y del polvo de níquel T255 empleado como material de partida.

Efecto de la presión de compactación

También se ha analizado cómo varía la microestructura de los compactos de níquel según la presión de compactación empleada en su consolidación mediante SRE-MF. En este caso, se han incluido las micrografías de las muestras 8.0/490 y 11.0/690 correspondientes a las tres presiones de consolidación, con el fin de ver el efecto de dicha presión en el caso de utilizar unas condiciones de sinterización (intensidad y tiempo de paso) intermedias y máximas.

La Figura 6.68 muestra las micrografías de los compactos 8.0/490 fabricados con las tres presiones, con imágenes tanto del interior como de los bordes de la sección. Al tratarse de unas condiciones intermedias de intensidad y tiempo de sinterización, se observa que el acabado superficial de los compactos es diferente según la presión de compresión utilizada. Este efecto es más notable en las muestras sinterizadas con intensidades menores, llegándose a apreciar hasta aproximadamente 9.0 kA. De hecho, aunque el mejor acabado superficial se tiene con 100 MPa, en las micrografías del compacto Ni T255 100 8.0/490 sigue apareciendo una gran porosidad en los bordes (Figura 6.68f).

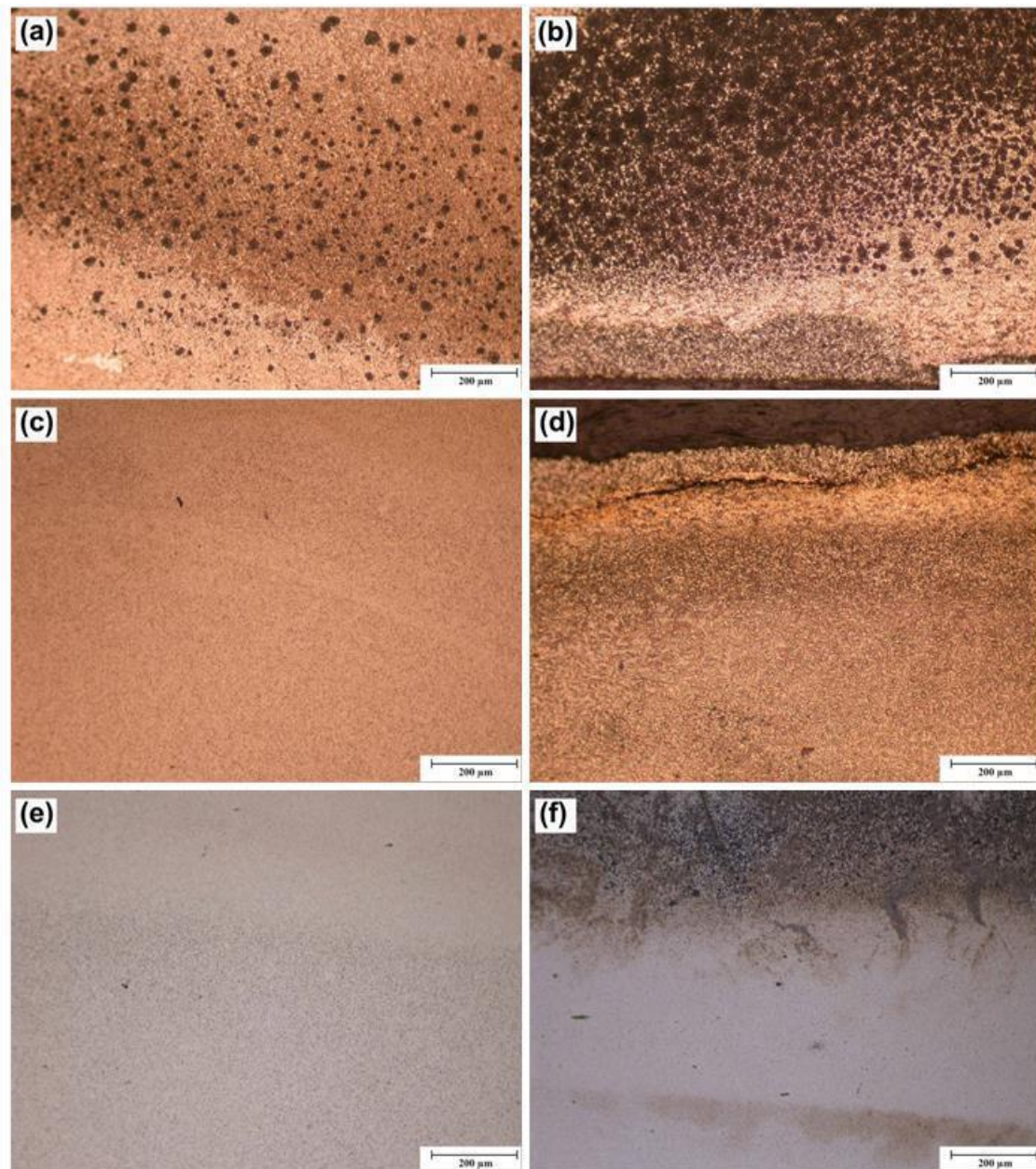


Figura 6.68. Micrografías de los compactos de níquel, fabricados mediante SRE-MF con 8.0 kA y 490 ms, y presiones de a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa. Imágenes de las muestras atacadas, en el interior (izquierda) y el borde de la sección (derecha).

Por otro lado, se puede ver una disminución de la porosidad en el interior de las muestras conforme se incrementa la presión de compactación, sobre todo entre 80 y 90 MPa (Figura 6.68a y b), lo cual se corresponde con los resultados presentados en el apartado 6.6.2. Tal y como se ha comentado anteriormente, una mayor presión favorece el contacto entre las partículas del polvo, facilitando así el proceso de sinterización y mejorando la densificación de la pieza final. No obstante, el tamaño medio de grano es similar

en los tres casos, con valores de 2.9, 3.1 y 2.9 μm para las muestras consolidadas con presiones de 80, 90 y 100 MPa, respectivamente.

Las micrografías de las muestras 11.0/690 correspondientes a las tres presiones se presentan en la Figura 6.69. En este caso, solo se han incluido imágenes del centro de la sección, ya que el acabado de los bordes ha sido similar, y bueno, en los tres casos. Esto ocurre cuando se emplean una intensidad y tiempo de sinterización mayores, siendo el efecto de la presión prácticamente inapreciable.

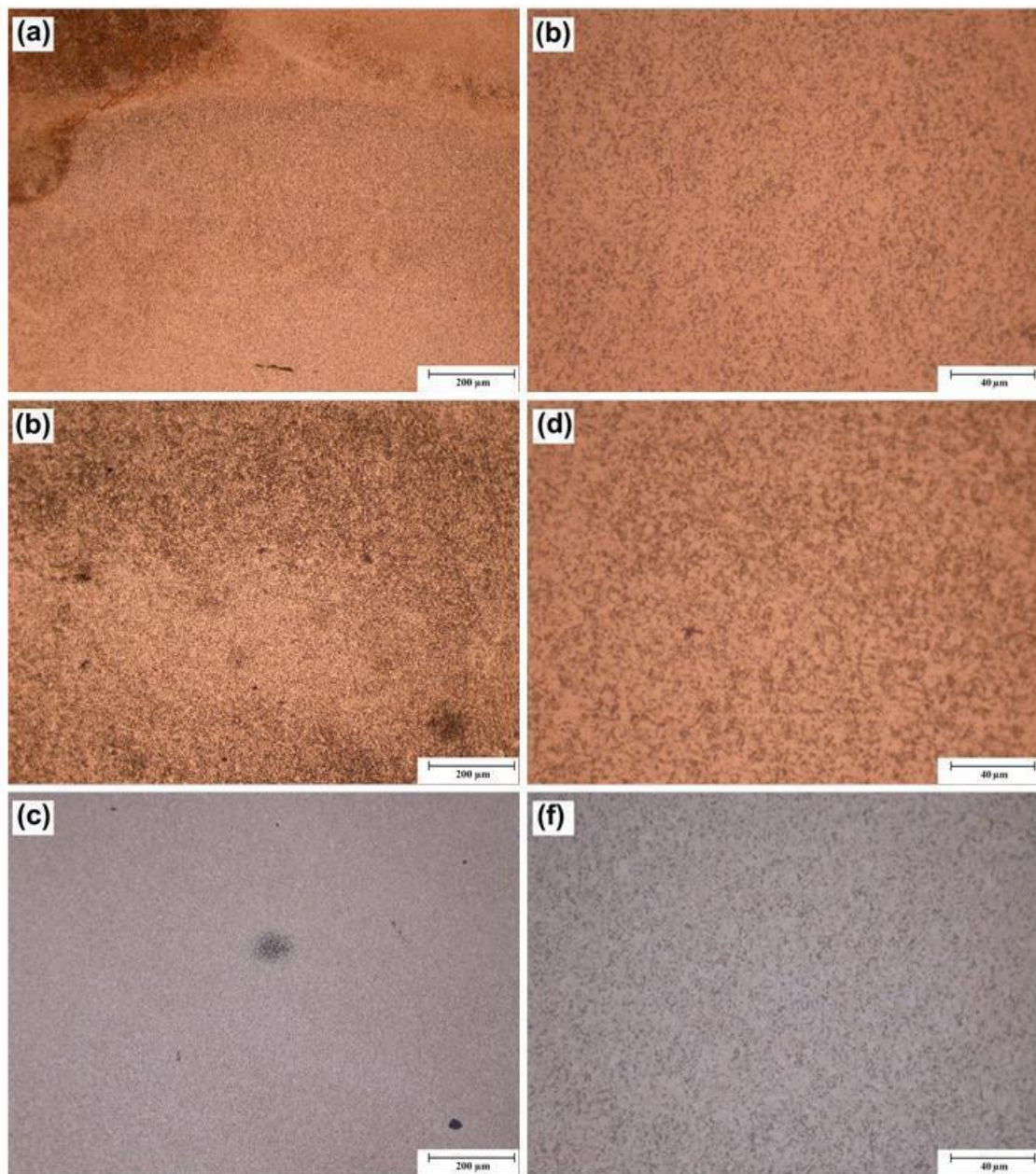


Figura 6.69. Imágenes de microscopía óptica de las muestras atacadas, y a diferentes aumentos, correspondientes a los compactos de Ni T255 consolidados con 11.0 kA, 690 ms, y presiones de a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa.

En las imágenes se puede ver que la porosidad no varía significativamente con el aumento de la presión, lo cual se corresponde con los valores de porosidad obtenidos para estas muestras, con el 24.3%, 24.1% y 22.7% para las presiones de 80, 90 y 100 MPa, respectivamente (Figura 6.55).

Por otra parte, en las micrografías a mayor aumento se aprecia un tamaño de grano similar para las tres muestras. Aunque el tamaño medio ha resultado muy ligeramente mayor para el Ni T255 90 11.0/690, con 4.7 μm (Figura 6.69d), sigue siendo un tamaño de grano muy pequeño, y del mismo orden al obtenido para las otras dos muestras (4.2 μm para la 80 11.0/690, Figura 6.69b; y 2.8 μm la 100 11.0/690, Figura 6.69f).

En cualquier caso, tras el estudio de la selección de micrografías de los compactos, se ha comprobado que, en el caso del níquel, no se produce un crecimiento de grano significativo debido al aumento de las condiciones de trabajo (presión, intensidad y tiempo de sinterización) utilizados en su consolidación mediante SRE-MF. De hecho, el tamaño medio de grano para el polvo níquel resultó ser de 2.13 μm , quedando dicho valor entre 2.8 y 4.7 μm para los compactos fabricados a partir de dicho polvo.

Como resumen de la caracterización estructural de los compactos de níquel, se puede decir que, en general, el acabado superficial mejora conforme se incrementan la presión de compactación, la intensidad y el tiempo de sinterización. Por otro lado, comparando las muestras mejor densificadas de los diferentes materiales estudiados, se ha comprobado que el acabado de los bordes es peor en el caso del níquel, respecto al alcanzado con el hierro y el aluminio. Esto puede explicarse considerando la gran diferencia entre las densidades características del polvo de Ni T255, lo cual dificulta el proceso de densificación durante la experiencia de SRE-MF. No obstante, el tamaño medio de grano de los compactos de níquel ha resultado significativamente menor, del orden de 3-4 μm , independientemente de las condiciones de consolidación. Así, la porosidad de estos compactos, a pesar de ser mayor que para los de Fe y Ni, presenta un tamaño muy pequeño, de acuerdo al tamaño medio de grano. Además, incluso para las piezas mejor densificadas, hay una concentración de porosidad en los bordes, aumentando esto el porcentaje de porosidad del compacto.

6.6.5 Propiedades mecánicas

La evaluación de las propiedades mecánicas de los compactos de níquel, al igual que se ha hecho para los de hierro y aluminio (apartados 6.4.5 y 6.5.5), se ha basado en el estudio de los resultados de microdureza Vickers y resistencia a compresión. Los ensayos se han lle-

vado a cabo según el procedimiento experimental descrito en los apartados 4.4.4 y 4.4.5 (Capítulo 4).

A. Microdureza

A continuación se recogen los resultados obtenidos del ensayo de microdureza de los compactos de Ni T255. Al igual que con el resto de materiales, se ha estudiado la distribución de microdureza en la sección de las muestras. También se ha estudiado el efecto de las condiciones de consolidación, tanto sobre la dureza en la zona interior de la pieza, como de su valor medio en la sección completa.

Distribución de la microdureza en la sección de los compactos

En el caso del níquel, los compactos mejor consolidados presentaban una altura menor a la de los compactos de hierro y aluminio. Por este motivo, el patrón de posiciones empleado para el ensayo de microdureza tuvo que ser modificado, y consta de solo tres puntos de medida, cuyas posiciones se indican en Figura 4.33 y Tabla 4.8 (Capítulo 4).

La Figura 6.70 muestra los resultados obtenidos para una selección de muestras significativas, para cada una de las presiones de compactación utilizadas. En las gráficas se observa que, en general, la dureza es mayor en el interior de los compactos (punto 3), debido a la mejor consolidación de estas zonas, ya que en ellas se alcanza una mayor temperatura durante el proceso de sinterización.

En cuanto a los puntos 1 y 2, la diferencia de dureza entre ambos varía según las condiciones de consolidación. La mayor diferencia entre los valores de microdureza en estas zonas aparece, principalmente, cuando se emplean intensidades más altas. Por ejemplo, con 100 MPa, la microdureza en los puntos 1 y 2 de la muestra 11.0/290 es de 48 y 33 HV 0.5 (Figura 6.70c). De hecho, la mayor dureza se obtiene siempre en el punto 1, correspondiente a la superficie en contacto con la oblea superior.

Esto puede explicarse teniendo en cuenta dos factores. Por un lado, debido a la menor temperatura a la cual se encuentra el punzón inferior (tanto por su menor altura, como por estar en contacto directo con la bancada refrigerada del equipo de SRE-MF). La masa de polvo en contacto con la oblea superior estará, por tanto, a mayor temperatura, permitiendo una mejor unión entre las partículas de polvo en esta zona.

Sin embargo, en el caso de níquel, es otra la causa principal de esta diferencia de densificación. Como se ha comentado anteriormente, debido a las características del polvo de níquel (densidades y morfología), la altura inicial de la columna de polvo es mucho ma-

yor a la altura del compacto final. Entonces, el gran recorrido que experimenta la masa de polvo en contacto con la oblea superior provoca una mayor densificación de esta parte respecto a la que está en contacto con la oblea inferior.

Por ambos motivos, se obtiene mayor diferencia de consolidación entre ambas zonas y, por consiguiente, de dureza. Esto ocurre para las diferentes presiones y tiempo de sinterización empleados, tal y como puede verse en los resultados de las muestras 11.0/290 y 11.0/690 de las tres figuras. Sin embargo, al mismo tiempo se trata de los compactos mejor consolidados, con menor porosidad y mayor dureza global.

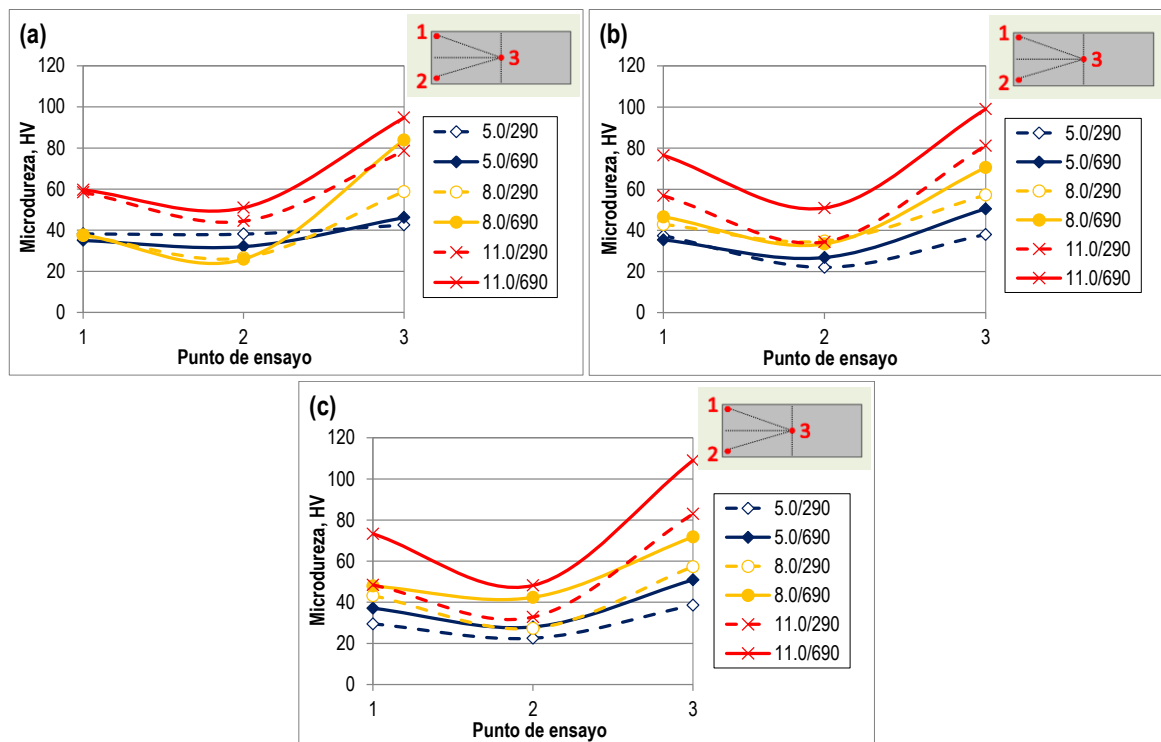


Figura 6.70. Distribución de dureza de los compactos de Ni T255 fabricados con las intensidades de 5.0, 8.0 y 11.0 kA, y los tiempos de sinterización mínimo (290 ms) y máximo (690 ms). Resultados para las presiones de a) 80 MPa, b) 90 MPa, y c) 100 MPa.

Las muestras consolidadas con intensidades más bajas presentan una distribución uniforme de dureza en su sección, independientemente del tiempo de sinterización y la presión empleadas. Esto se puede ver, en las tres gráficas, para las muestras 5.0/290 y 5.0/690. No obstante, estas muestras son también las peor densificadas, con valores de dureza inferiores al resto de compactos de Ni T255. Por ejemplo, el Ni T255 80 5.0/290 es el más poroso de todos los compactos de níquel fabricados en este trabajo, con una dureza menor a la del resto de muestras, aunque presenta la mejor distribución de dureza en su sección, con valores entre 38 y 43 HV 0.5 (Figura 6.70a).

En el caso de las muestras consolidadas con intensidades intermedias, y presiones de 90 y 100 MPa, la distribución de dureza es aceptable cuando se aplica un tiempo de sinterización mínimo. Como ejemplo, se puede ver la distribución de microdureza del Ni T255 100 8.0/290, variando entre 40 y 50 HV 0.5, mientras que este rango es de 40-60 HV 0.5 al aumentar el tiempo de soldadura hasta 690 ms (Figura 6.70c). No obstante, la densificación de ambas muestras es relativamente parecida, con una porosidad del 35.8% para la 8.0/290, y de 31.8% para la 8.0/690 (Figura 6.55).

Evolución de la microdureza de los compactos

La Figura 6.71 muestra los resultados de microdureza Vickers obtenidos del ensayo en el interior de las piezas (punto 3 del patrón de medidas utilizado), así como de la microdureza media, calculada a partir de las medidas obtenidas del ensayo en las diferentes zonas de la sección de cada muestra. En cada gráfica se ha representado la microdureza HV para cada serie de intensidad, y en función del tiempo de paso, para las tres presiones de compactación.

En primer lugar, comparando las tres gráficas, se puede ver que la dureza del interior de los compactos no aumenta de forma importante con la presión de compresión. Únicamente con 100 MPa se observa un leve aumento de los valores de dureza, respecto a las otras dos presiones. Al aplicar una presión de compactación mayor, se facilita la densificación de la masa de polvo, adquiriendo una mayor unión entre sus partículas y, por consiguiente, aumentado la dureza del material. Así, el valor máximo se alcanza en el interior de los compactos Ni T255 100 11.0/690, con 109 HV 0.5; y Ni T255 100 11.0/490, con 102 HV 0.5 (Figura 6.71e).

Por otro lado, se ha comprobado que la dureza en el interior de los compactos aumenta con la intensidad, debido a la mayor consolidación alcanzada. Como ejemplo, se puede ver el incremento desde 46 HV 0.5 para el Ni T255 80 5.0/690, hasta 97 HV 0.5 para el Ni T255 80 11.0/690 (Figura 6.71a).

Asimismo, se observa que la microdureza interior es mayor conforme se incrementa el tiempo. Esto permite asegurar que, en las experiencias de SRE-MF llevadas a cabo con el Ni T255, no se llega a producir un crecimiento de grano significativo en el material, lo cual ya se había comprobado en el estudio micrográfico (apartado 6.6.4.B).

Por otro lado, los resultados de microdureza media permiten tener una idea de la dureza global de cada pieza. No obstante, hay que tener en cuenta la distribución de dureza en cada caso, debido a que esta ha resultado poco uniforme para los compactos de níquel.

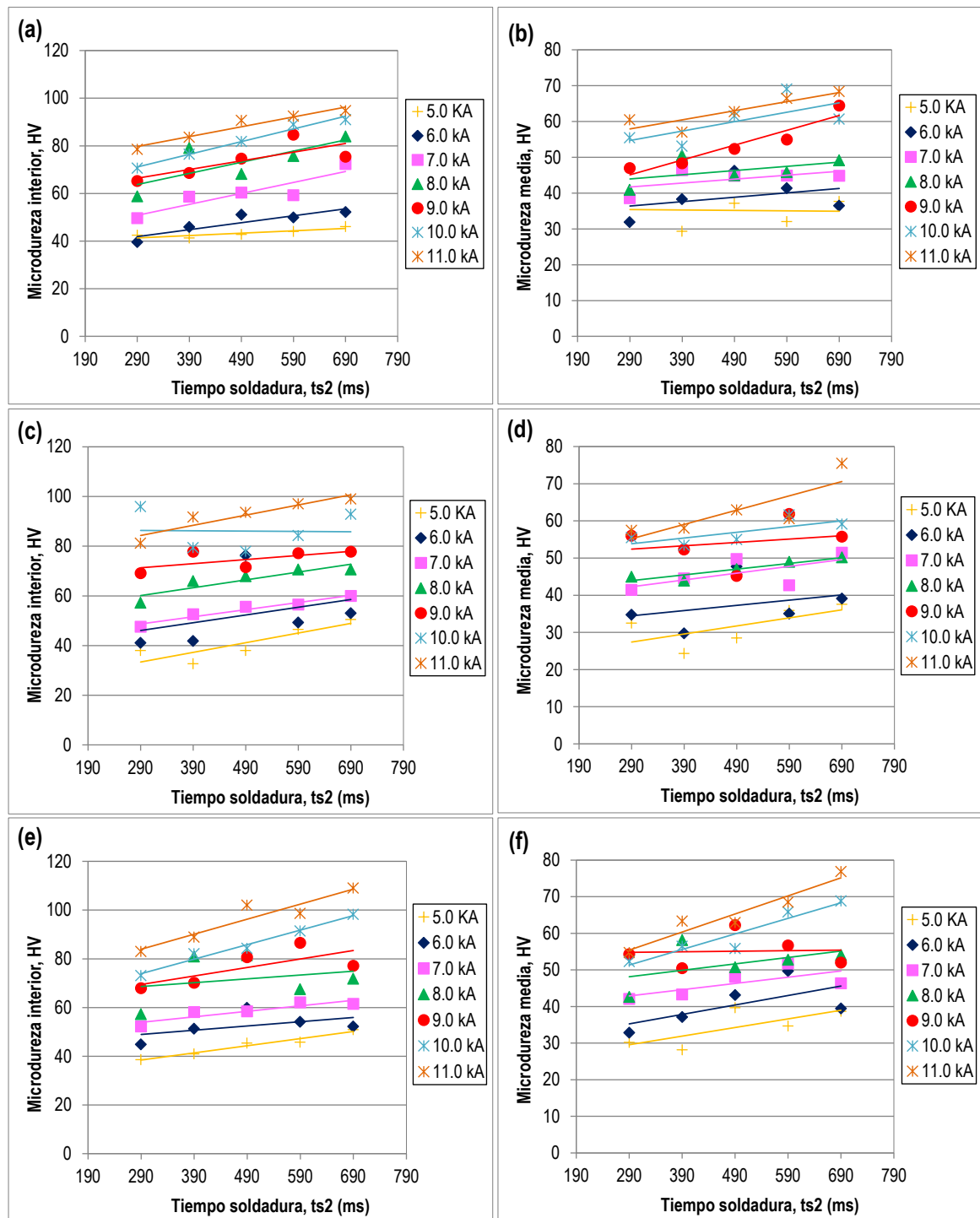


Figura 6.71. Microdureza Vickers en el interior, punto 3 (izquierda), y media (derecha), de los compactos de Ni T255 consolidados con presiones de a) y b) 80 MPa, c) y d) 90 MPa, e) y f) 100 MPa. Resultados en función del tiempo de sinterizado y para las diferentes intensidades.

En general, la tendencia es similar a la que presentan los resultados de dureza en el interior de las piezas. La diferencia fundamental está en que, en este caso, los valores alcanzados son notablemente más bajos. Esto es debido a la menor dureza de las zonas superficiales, tal y como se explicó a partir de las gráficas de la Figura 6.70. En particular, el

valor máximo obtenido en los resultados de dureza media ha sido de 77 HV 0.5 para el Ni T255 100 11.0/690 (Figura 6.71f). Aunque la dureza en el interior de dicha muestra es de 109 HV 0.5 (Figura 6.71e), la menor dureza medida en las superficies (con valores de 73 y 48 HV 0.5) hace disminuir de forma importante el valor medio.

En cualquier caso, durante el ensayo de microdureza en los compactos de níquel se pudo comprobar que, la medida en la zona central es más representativa de la dureza de la pieza que la medida en los bordes; ya que dicha zona, con una porosidad mucho menor, constituye una mayor proporción en la sección total de la pieza. De hecho, en el análisis estructural se ha comprobado que, incluso para las piezas mejor consolidadas, se tiene una concentración de porosidad superficial. Por tanto, para la evaluación general de las propiedades de los compactos de Ni T255 fabricados en este trabajo que se llevará a cabo más adelante (apartado 6.6.6), se considerarán los resultados tanto de dureza media como de dureza en el interior de las piezas.

B. Ensayo de compresión

Los resultados del ensayo de compresión de los compactos de Ni T255 se recogen en este apartado. Al igual que se ha hecho con el resto de materiales, se ha analizado la variación de la resistencia a compresión de las piezas, según los diferentes parámetros (presión, intensidad y tiempo de sinterización) empleados en su proceso de consolidación.

Efecto de la condiciones de intensidad y tiempo de sinterización

En la Figura 6.72 se muestran las curvas obtenidas del ensayo de compresión, representando la presión aplicada frente a la deformación experimentada por las piezas, para cada una de las intensidades y tiempos de sinterización.

Aunque en el caso del níquel, se ha llevado a cabo el ensayo de todos los compactos fabricados, solo se han incluido los resultados de una selección de muestras, correspondientes a las intensidades de 5, 7, 9 y 11 kA; ya que estas permiten tener una visión general del efecto de las diferentes variables. Las gráficas recogen los resultados de los compactos consolidados con 100 MPa, no obstante, la evolución ha sido similar para las otras dos presiones de compactación utilizadas.

En el caso del níquel, solo se ha conseguido alcanzar el 50% de deformación para los compactos fabricados con 10 y 11 kA, y algunos de 8 y 9 kA con tiempos de sinterización entre 490 y 690 ms. Excepto para la presión de compactación de 80 MPa, donde, debido a la peor densificación de estos compactos, se alcanzó el 50% de deformación únicamente

con 11 kA. A continuación se muestran imágenes de compactos, dos de ellos rotos durante el ensayo, con diferente grado de deformación: una de ellas completamente “deshecha” tras el ensayo (Figura 6.73a); y otra que rompió por la superficie lateral alrededor de la pieza (Figura 6.73b). También se ha incluido la imagen de un compacto que alcanzó el 50% de deformación (Figura 6.73c y d). En la vista de perfil de este último, se puede observar el fenómeno de “delaminado” que presentaron, tras el ensayo, los compactos de níquel con mayor resistencia a compresión.

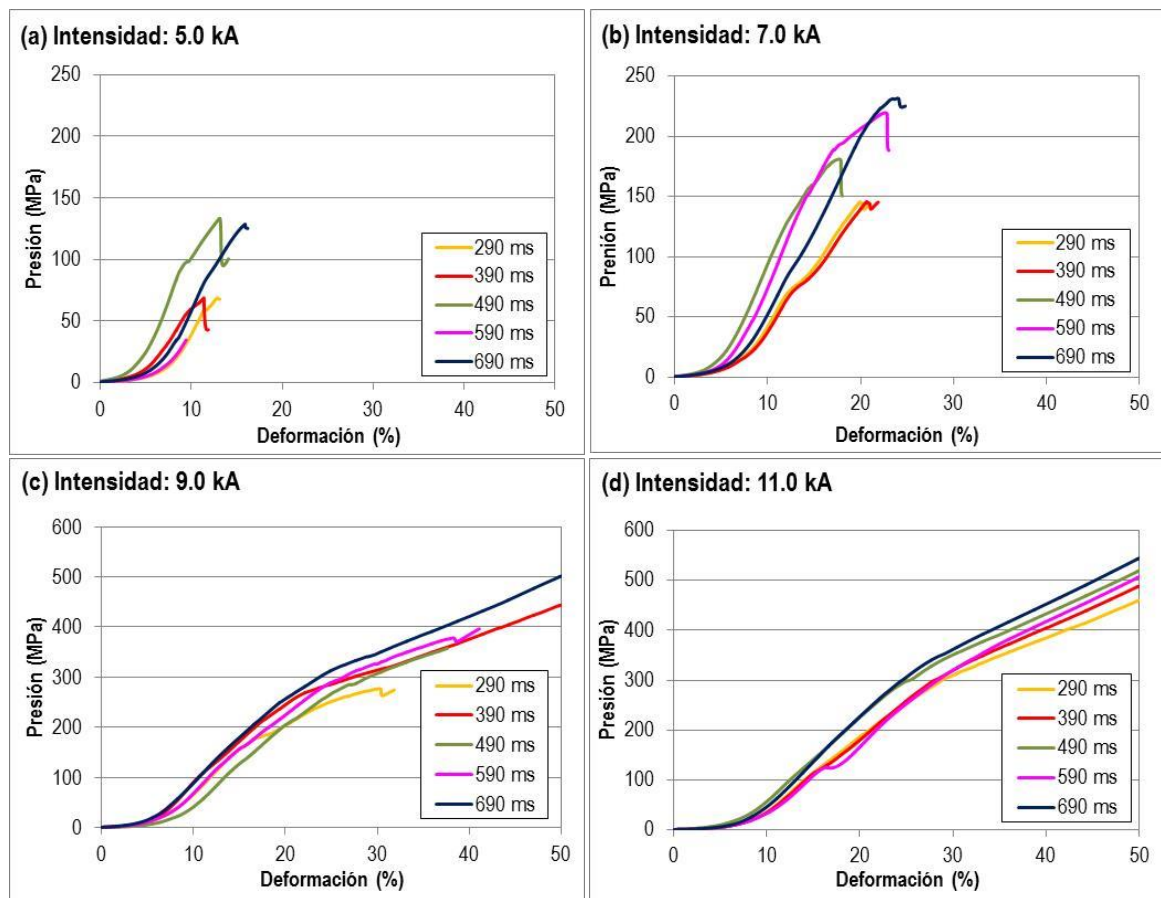


Figura 6.72. Resultados del ensayo de compresión (presión-deformación) de los compactos de Ni T255 fabricados mediante SRE-MF con una presión de 100 MPa, para las intensidades de a) 5.0 kA, b) 7.0 kA, c) 9.0 kA, y d) 11.0 kA; y para los diferentes tiempos de paso.

Para los compactos que alcanzaron el 50%, la presión aumenta con una pendiente mayor hasta el 25-30% de deformación, alcanzando aproximadamente los 300 MPa. A partir de este punto, la pendiente decrece ligeramente, de forma que, para menores incrementos de presión, se producen mayores deformaciones en la pieza, manteniéndose este comportamiento hasta el final del ensayo. Esta evolución se puede ver en la Figura 6.72d.

La resistencia máxima alcanzada, para los compactos que llegaron al 50% de deformación, ha variado entre 400 y 550 MPa.

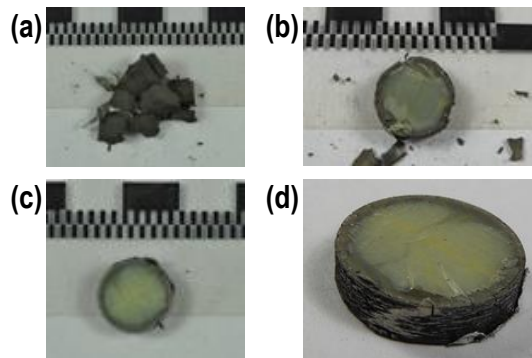


Figura 6.73. Detalle de compactos tras el ensayo de compresión: a) Ni T255 100 5.0/290, roto durante el ensayo, para el 13% de deformación y una presión máxima soportada de 68 MPa; b) Ni T255 100 8.0/490, para el 36% y 312 MPa; c) y d) Ni T255 100 11.0/690, para el 50% y con una resistencia de 545 MPa (vista superior y perfil).

Por último, se ha analizado el efecto del tiempo de paso de la corriente. En general, la presión máxima soportada es mayor conforme aumenta el valor de ts_2 . Así, en la Figura 6.72d se observa que resistencia aumenta desde 460 MPa para la muestra 11.0/290, hasta 545 MPa para la 11.0/690. Sin embargo, esto no ocurre así en algunos casos con intensidades más bajas, donde muchas de las piezas rompieron durante el ensayo. Por ejemplo, con 9.0 kA, solo se alcanzó el final del ensayo para los tiempos de 390 y 690 ms, con una resistencia de 444 y 502 MPa, respectivamente (Figura 6.72c). Esto es debido a la peor consolidación de estos compactos, haciendo difícil establecer una tendencia en su comportamiento.

Efecto de la presión de compactación

Para ver la influencia de la presión de compactación en la resistencia a compresión de los compactos de níquel, se ha representado la curva de presión frente a deformación de una selección de muestras, para las tres presiones utilizadas (80, 90 y 100 MPa). En este caso, se han seleccionado los siguientes compactos: 5.0/290, como ejemplo de una muestra peor consolidada (con una mayor porosidad), y que rompió para las tres presiones; la 8.0/690, ya que se trata de un caso intermedio, donde se comienza a alcanzar el 50%; y las muestras 11.0/290 y 11.0/690, por ser muestras que llegaron al 50% de deformación, y que han presentado buenas propiedades en los resultados analizados hasta ahora. La Figura

6.74 presenta los resultados del ensayo de compresión correspondientes a dichas muestras y para las tres presiones de consolidación.

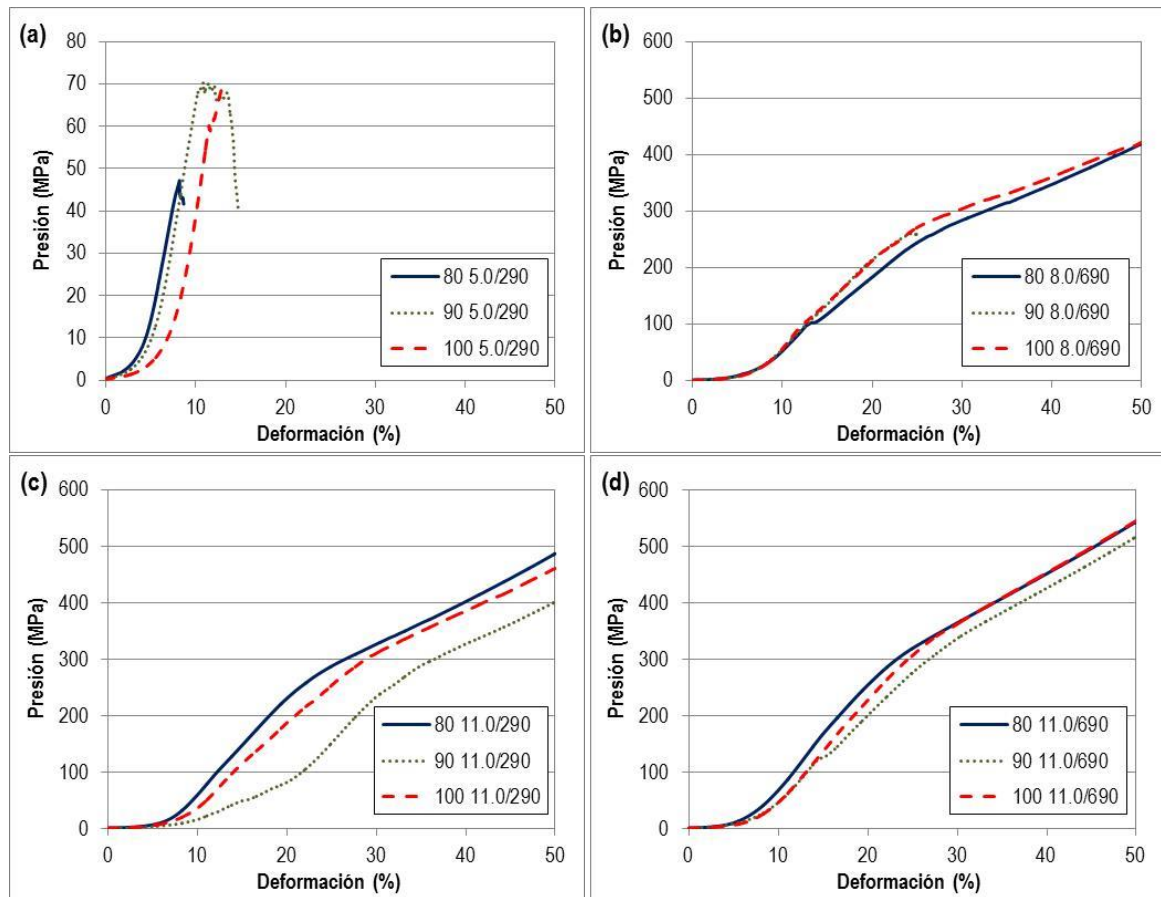


Figura 6.74. Ensayo de compresión de los compactos de Ni T255 a) 5.0/290, b) 8.0/690, c) 11.0/290, y d) 11.0/690. Resultados de presión frente a deformación, para las tres presiones: 80, 90 y 100 MPa.

En general, el comportamiento durante el ensayo de compresión es similar para las presiones de 90 y 100 MPa. Para los compactos que rompieron durante el ensayo antes de alcanzar el 50% de deformación (Figura 6.74a), la presión máxima soportada ha sido mayor en el caso de estas dos presiones de compactación, debido a que se trata de muestras mejor densificadas respecto a las obtenidas con 80 MPa. En el resto de ensayos, llevados a cabo con intensidades más altas, la resistencia máxima ha sido similar para las tres presiones de compactación.

Solo en algunos casos, como se constata en la Figura 6.74c, la presión máxima soportada ha sido mayor para la muestra consolidada con 80 MPa. Esto puede explicarse teniendo en cuenta que, al aplicar presiones de consolidación mayor, se puede provocar la

aparición de tensiones residuales en la pieza, disminuyendo así su resistencia durante el ensayo de compresión.

En resumen, teniendo en cuenta las propiedades mecánicas de los compactos de níquel, tanto microdureza como resistencia a compresión, se puede decir que, a pesar de que la distribución de microdureza no ha resultado buena en aquellas muestras consolidadas con condiciones máximas de presión, intensidad y tiempo de paso, solo en estos casos se consigue un mayor dureza de las piezas, así como una mayor resistencia a compresión.

6.6.6 Evaluación general de resultados

Para terminar, se ha llevado a cabo una evaluación conjunta de las principales propiedades estudiadas para los compactos de níquel, con el fin de definir unos parámetros óptimos de consolidación del polvo de Ni T255 mediante SRE-MF. Teniendo en cuenta los resultados presentados anteriormente, se ha llevado a cabo un resumen para una serie de muestras más significativas.

En general, la presión de 100 MPa ha permitido obtener mejores resultados, por lo que se ha optado por considerar los compactos consolidados con esta presión. Por un lado, se han incluido las consolidadas con 8 y 9 kA, y los mayores tiempos de sinterización, ya que a partir de estos valores comienzan a obtenerse compactos con mejores propiedades. También se han considerado las muestras obtenidas con 11 kA, ya que son las mejor consolidadas y que presentan los mejores resultados. En este caso, se han evaluado diferentes tiempos, con el fin de encontrar cuál de ellos permite obtener una mejor combinación de propiedades.

En la Figura 6.75 y la Tabla 6.14 se recoge un resumen de los resultados más destacados para cada una de estas muestras. En este caso, se ha considerado tanto la microdureza en el interior como el valor medio, debido a la peor distribución de dureza encontrada en la mayoría de los compactos de níquel.

Tal y como se había comprobado durante la discusión del conjunto de resultados de los compactos de Ni T255, los mejores resultados se obtienen con la intensidad de 11 kA. Se puede ver como la porosidad, dureza y resistencia mejoran notablemente respecto a las muestras consolidadas con menor intensidad, mientras que el aporte de ETE no aumenta de forma importante. De hecho, la muestra 11.0/490, con ETE de 0.32 kJ/g, presenta mejores propiedades que la 9.0/690, siendo mayor la ETE aportada para la consolidación de esta otra pieza, con 0.38 kJ/g.

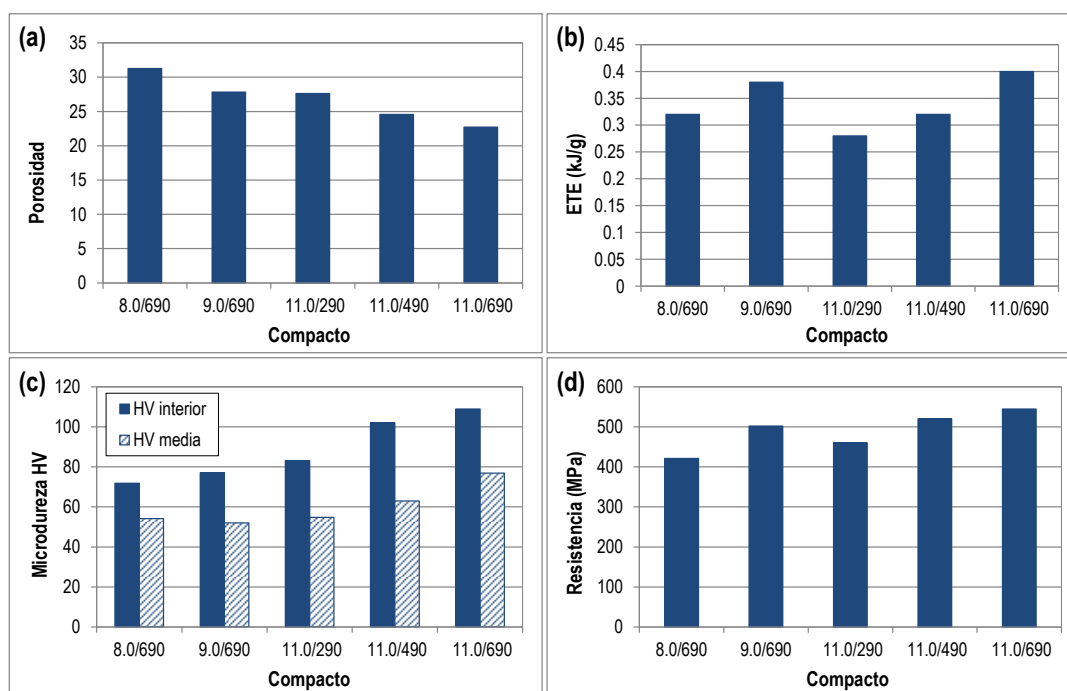


Figura 6.75. Resultados de a) porosidad, b) ETE, c) microdureza HV (interior), y d) resistencia a compresión; para una selección de compactos de Ni T255, fabricados mediante SRE-MF, todos ellos con una presión de 100 MPa.

Por otro lado, comparando las muestras obtenidas con 11 kA, se puede ver que los mejores resultados se obtienen para el Ni T255 100 11.0/690, con un 22.7% de porosidad, una dureza interior de 109 HV 0.5, y una resistencia a compresión de 545 MPa para el 50% de deformación. Por otro lado, también se observa una buena combinación de resultados para la muestra 11.0/490, teniendo en cuenta la menor ETE aportada en este caso: 0.32 kJ/g para la 11.0/49, frente a 0.40 kJ/g para la 11.0/690.

Tabla 6.14. Resumen de resultados para la selección de compactos de Ni T255, fabricados por SRE-MF utilizando una presión de compactación de 100 MPa.

COMPACTO	8.0/690	9.0/690	11.0/290	11.0/490	11.0/690
Porosidad (%)	31.3	27.8	27.6	24.6	22.7
ETE (kJ/g)	0.32	0.38	0.28	0.32	0.40
HV interior	72	77	83	102	109
HV media	54	52	55	63	77
Resistencia (MPa)	421	502	460	520	545

Aunque la distribución de dureza no ha sido buena en ninguno de estos casos, ha resultado algo mejor para la 11.0/690. De hecho, comparando la dureza en el interior y el valor medio para ambos compactos, se observa una mayor diferencia entre dichos valores

para la 11.0/490: con 102 HV 0.5 en el interior, mientras que la dureza global disminuye hasta 63 HV 0.5.

Por tanto, para los compactos de Ni T255 fabricados por SRE-MF, una buena combinación de resultados se obtiene empleando las condiciones máximas de presión, intensidad y tiempo: 100 MPa, 11 kA y 690 ms.

En cualquier caso, es necesario destacar la peor consolidación de todos los compactos de Ni T255 fabricados mediante SRE-MF, respecto a la que presentan los compactos de hierro y aluminio obtenidos a través de la misma técnica. Teniendo en cuenta el conjunto de resultados analizados y recogidos en este apartado 6.6, parece conveniente considerar una compresión del polvo previa a la experiencia de SRE-MF, que permita partir de una masa de polvo mucho más densa, y así conseguir una mejor sinterización.

6.7 Simulaciones

El objetivo de este apartado es contrastar la información suministrada por los sensores de seguimiento, durante las experiencias de S.R.E. analizadas en el Capítulo 4, con las predicciones teóricas arrojadas por el simulador. Este no solo aporta la evolución de las magnitudes globales del compacto, como la porosidad, sino también, la muy deseable evolución de la temperatura media del compacto, magnitud que no es accesible experimentalmente.

Antes de comenzar, conviene aclarar cuál ha sido la estrategia seguida para las simulaciones. Dicha estrategia considera dos parámetros básicos, con valores relativamente desconocidos y difícilmente cuantificables. El resto de parámetros del modelo tienen valores conocidos (recolectados en bases de datos y/o bibliografía especializada ^[140, 141]). Los parámetros que se considerarán ajustables son A_c , que controla la velocidad de densificación por termofluencia (Ecuación M14a), y E_x , que controla la tasa de disminución de la resistividad eléctrica de la capa de óxido por aumento de temperatura (Ecuación M5). Fijado el valor de E_x , el valor del factor pre-exponencial (A_x) quedará fijado automáticamente, porque el valor de la resistividad de óxido a temperatura ambiente se supone conocido a través de bibliografía.

Tales parámetros de ajuste se eligen de manera que proporcionen una buena concordancia inicial entre las predicciones teóricas y los datos experimentales de evolución de la porosidad y de la evolución de la resistencia eléctrica. Una vez A_c y E_x son elegidos para un experimento particular, se mantendrán idénticos para cualquier otro tipo de experimento llevado a cabo con el mismo polvo bajo diferentes condiciones de procesamiento (diferen-

tes tiempos de paso y/o intensidad de corriente). Un estudio llevado a cabo muestra que la modificación, en pequeño grado, de los parámetros A_c y E_x no altera significativamente la predicción global del modelo, comprobándose por lo tanto que no son muy críticos, y que la estrategia adoptada resulta razonable.

La Figura 6.76 muestra las curvas experimentales y teóricas obtenidas mediante una simulación lanzada con los valores finales de los parámetros A_c y E_x . Como se puede comprobar, el ajuste logrado es razonablemente bueno. Conseguido este punto, los valores de A_c y E_x , son establecidos para el resto de experiencias con el mismo polvo. Para todos los polvos se ha procedido de igual modo. Además, en todos los casos, se han cotejado diversas condiciones, para cerciorarse de la bondad de la elección.

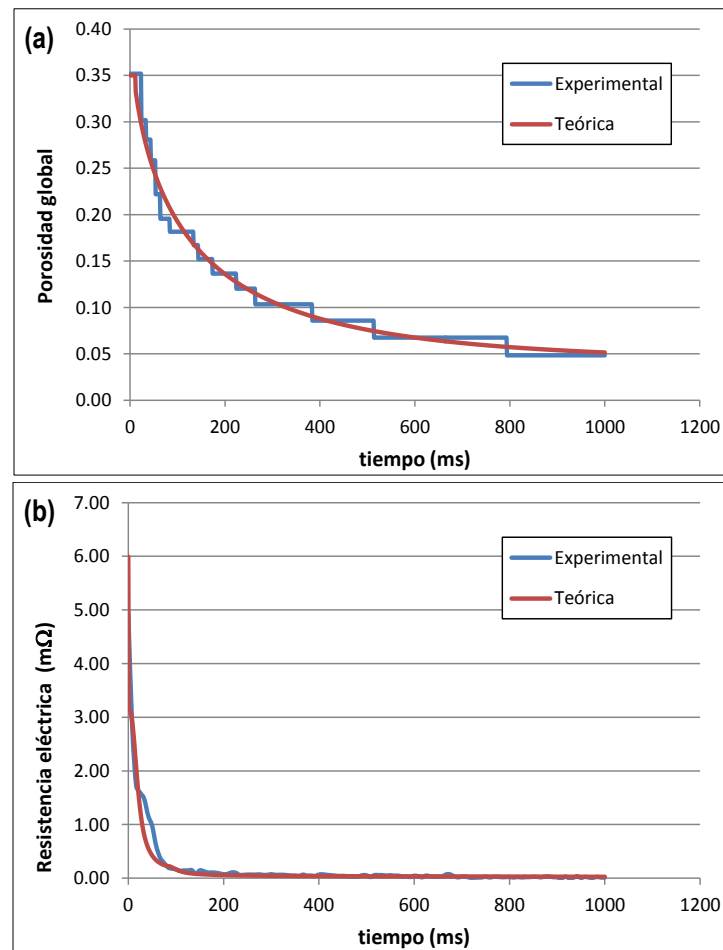


Figura 6.76. Curvas de referencia. Las evoluciones de a) la porosidad y b) resistencia eléctrica (ambas magnitudes globales), se eligen como las curvas que permiten escoger los valores de los dos parámetros ajustables del modelo.

En la Tabla 6.15 se reúnen los parámetros empleados para la simulación de las experiencias con los distintos polvos.

Tabla 6.15. Parámetros considerados en las simulaciones con los distintos polvos. Los valores de las distintas propiedades han sido localizados en diversas fuentes de bibliografía especializada, así como a partir de la caracterización de los diferentes polvos llevada a cabo en el Capítulo 5.

	Parámetro	Descripción	Fe NC100	Fe WPL200	Ni T255	Al AS61
Geometría	L_1 (mm)	Altura obleas	5	5	5	5
	L_2 (mm)	Altura punzones	40	40	40	40
	S_N (mm ²)	Sección transversal electrodos / sección interior matriz	113.1	113.1	113.1	113.1
Características del polvo	γ_m (g/cm ³)	Densidad global del metal (Ecuación M6)	7.870	7.870	8.900	7.870
	Θ_M	Porosidad de golpeo	0.65	0.63	0.86	0.44
	r (μm)	Radio de las partículas (Ecuación M8)	65.0	44.1	1.2	45.6
	δ (nm)	Espesor capa de óxido (Ecuación M8)	4.5	4.5	4.5	4.5
	m_d	Parámetros dimensionales que permiten considerar la eliminación de la capa de óxido durante la compresión en el modelo teórico (Ecuación M8)	20.5267	18.3887	23.9240	32.3283
	n_d		0.4609	0.4330	0.1707	0.1202
	ρ_X (Ω·m)	Resistividad eléctrica del óxido a 300K (Ecuación M5)	2100	2100	0.8	10 ¹²
	Θ_o	Parámetros utilizados para describir el comportamiento a compresión (Ecuación M10)	0.056	0.058	0.00	0.044
	a		355.1341	388.4821	631.7726	131.1590
	b		0.8070	0.8173	0.5199	0.8789
	n_c	Exponente en la ley de fluencia (Ecuación M14)	4.5	4.5	4.5	4
	Q_c (J/mol)	Energía de activación en la ley de fluencia (Ecuación M14)	192593	192593	192593	192593
	E_Y (Pa)	Módulo de Young aplicado en la Ecuación M14	211·10 ⁹	211·10 ⁹	200·10 ⁹	70·10 ⁹
	M (g)	Masa de polvo	4	4	3	2
	$Tolerancia$	Tolerancia numérica	0.001	0.001	0.001	0.001
Parámetros numéricos	ε	Coeficiente empleado para la aproximación de la función Delta de Dirac, δ_D (Ecuación M4)	4	4	4	4
	n	Número de nodos en la masa de polvo	110	110	110	110
	m	Número total de nodos en el sistema	150	150	150	150
	ω	Numero de nodos temporales	800	1000	800	800
	A_c	Factor pre-exponencial de la ley de fluencia (Ecuación M14)	1·10 ²⁹	1·10 ²⁹	1·10 ³¹	1·10 ¹⁶
Parámetros de ajuste	E_x	Aplicados para conocer la variación con la temperatura de la resistividad eléctrica de la capa de óxido (Ecuación M5)	2.94·10 ²	2.94·10 ²	10 ²	7·10 ²
	A_x		1·10 ¹¹	1·10 ¹¹	3.28·10 ²	1.96·10 ³⁰

6.7.1 Distribución de porosidad y temperatura

Todas las simulaciones coinciden en que el centro del compacto es la zona en la que se alcanzan las máximas temperaturas, y se consigue la mayor densificación. Las figuras que se siguen se han elaborado a partir de las simulaciones de polvo de hierro, para una intensidad de corriente de 7 kA que pasa durante 700 ms, tras los cuales siguen 300 ms de periodo de enfriamiento (se ejerce presión, pero no circula corriente). Las mismas conclusiones cualitativas pueden extraerse de otras simulaciones realizadas con el mismo polvo bajo condiciones diferentes, o diferentes polvos.

La Figura 6.77a muestra la distribución de porosidad en diferentes posiciones (medidas desde el centro del compacto). Se puede ver que las porosidades más bajas se encuentran en el corazón del compacto. El valor de la porosidad inicial (0.46) representado en la gráfica se corresponde con la porosidad alcanzada en el compacto después del periodo de enfriamiento. Por otro lado, en la Figura 6.77b se ha representado la distribución de porosidad en el interior del compacto para diferentes instantes de tiempo durante su proceso de sinterización. Se observa que las diferentes curvas terminan en valores distintos del eje de abscisas, ya que, por la simetría del modelo teórico, está considerándose únicamente la mitad de la pieza que está densificando.

Asimismo, se ha representado la evolución y distribución de las temperaturas locales, Figura 6.78. La conclusión, como ya se adelantaba, es que el corazón de la pieza es donde se alcanzan las temperaturas más altas.

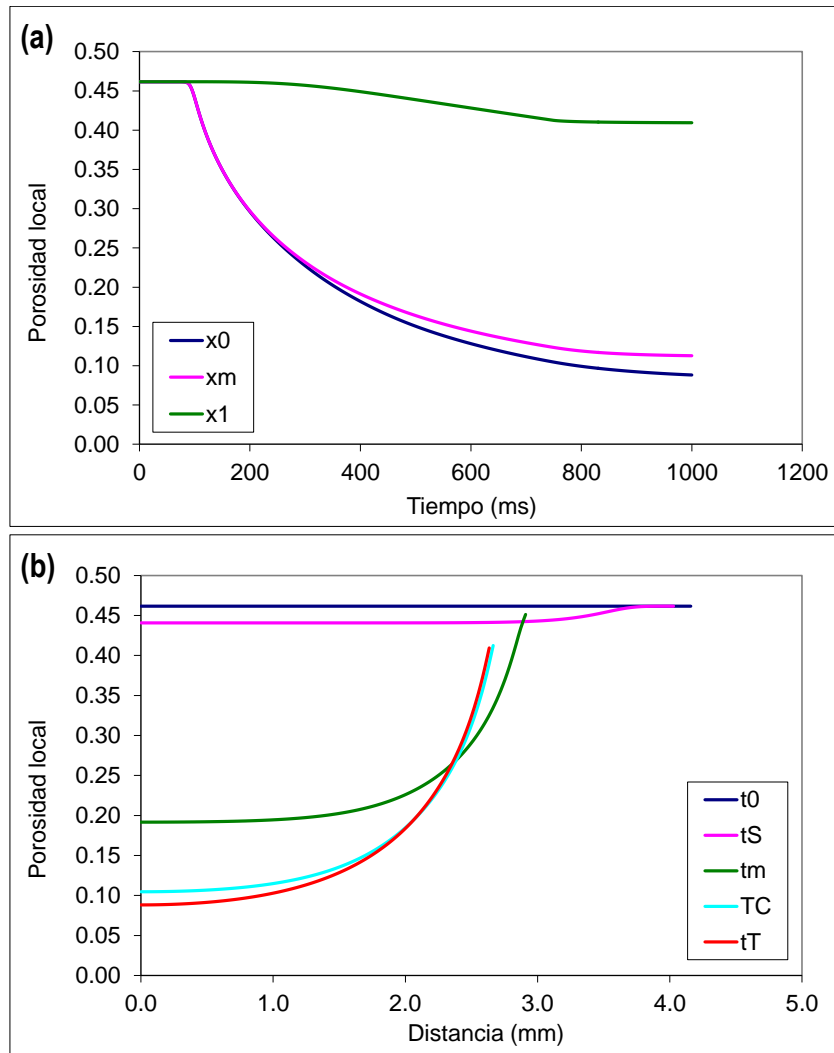


Figura 6.77. a) Evolución de la porosidad local en distancias (planos) representativas del compacto: centro (x_0), punto medio entre la base y el centro (x_m) y frontera polvo/oblea (x_1). b) Distribución de porosidad en el interior del compacto en los siguientes instantes: inicio periodo calentamiento (t_0), final de la rampa de subida de la intensidad (t_s), mitad del periodo de calentamiento ($t_m = t_0 + t_c/2$), final del periodo de calentamiento (t_c) y final del proceso (t_T).

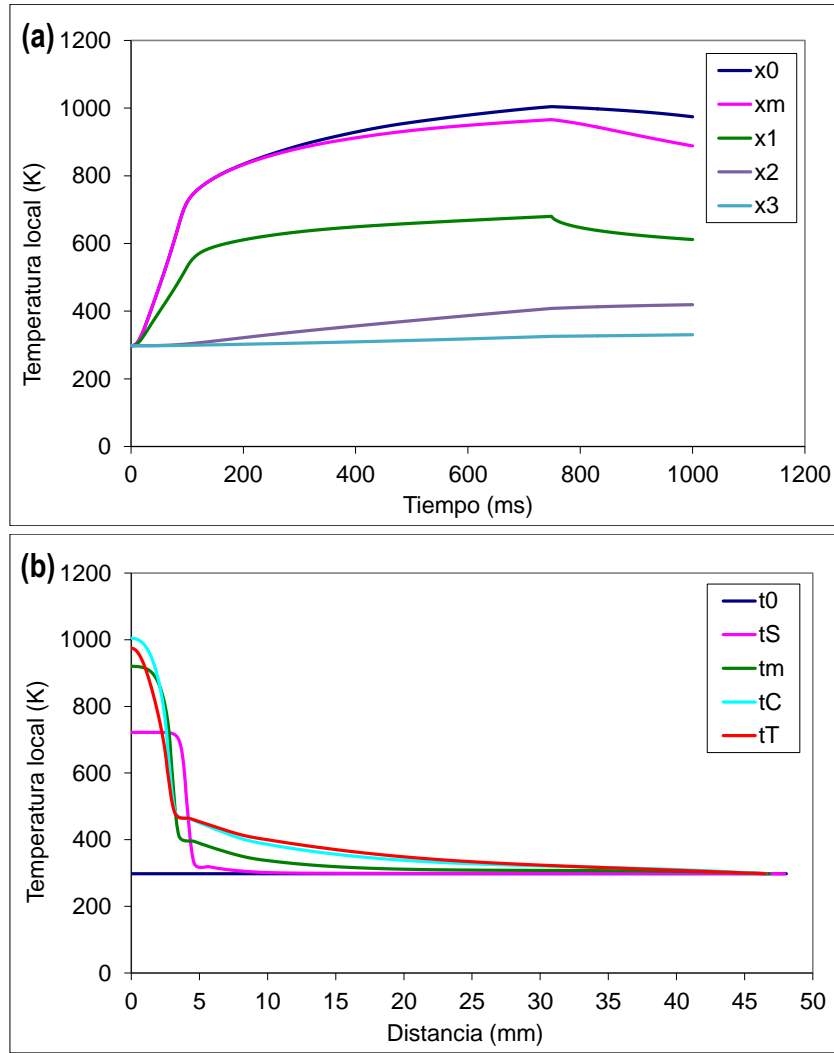


Figura 6.78. a) Evolución de la temperatura local en distancias (planos) representativas del compacto: centro del compacto (x_0), punto medio entre la base y el centro (x_m), frontera polvo/oblea (x_1), frontera oblea/electrodo (x_2), y mitad del electrodo (x_3). b) Distribución de temperatura en el interior del sistema (polvo+punzones) en los siguientes instantes de tiempo: inicio periodo calentamiento (t_0), final de la rampa de subida de la intensidad (t_s), mitad del periodo de calentamiento ($t_m = t_0 + \tau_C/2$), final del periodo de calentamiento (t_c) y final del proceso (t_T).

6.7.2 Temperatura media alcanzada

Para todos los polvos se han realizado simulaciones con 6 y 10 kA, durante 700 ms de paso de corriente, y 300 ms de enfriamiento. Naturalmente, se espera que la temperatura media global alcanzada sea mayor cuando la intensidad de corriente es mayor. El efecto de la presión no es tan obvio, pero se puede adelantar que cuanto mayor es la presión, menor es el valor máximo de la temperatura media alcanzada.

En la Figura 6.79 se muestra, a modo de comparación, la evolución de la temperatura media de los dos polvos de hierro (las diferencias observadas entre ellos son tan pequeñas,

que no merece discusión), del polvo de níquel y de aluminio, cuando la intensidad de corriente se fija en 6 kA.

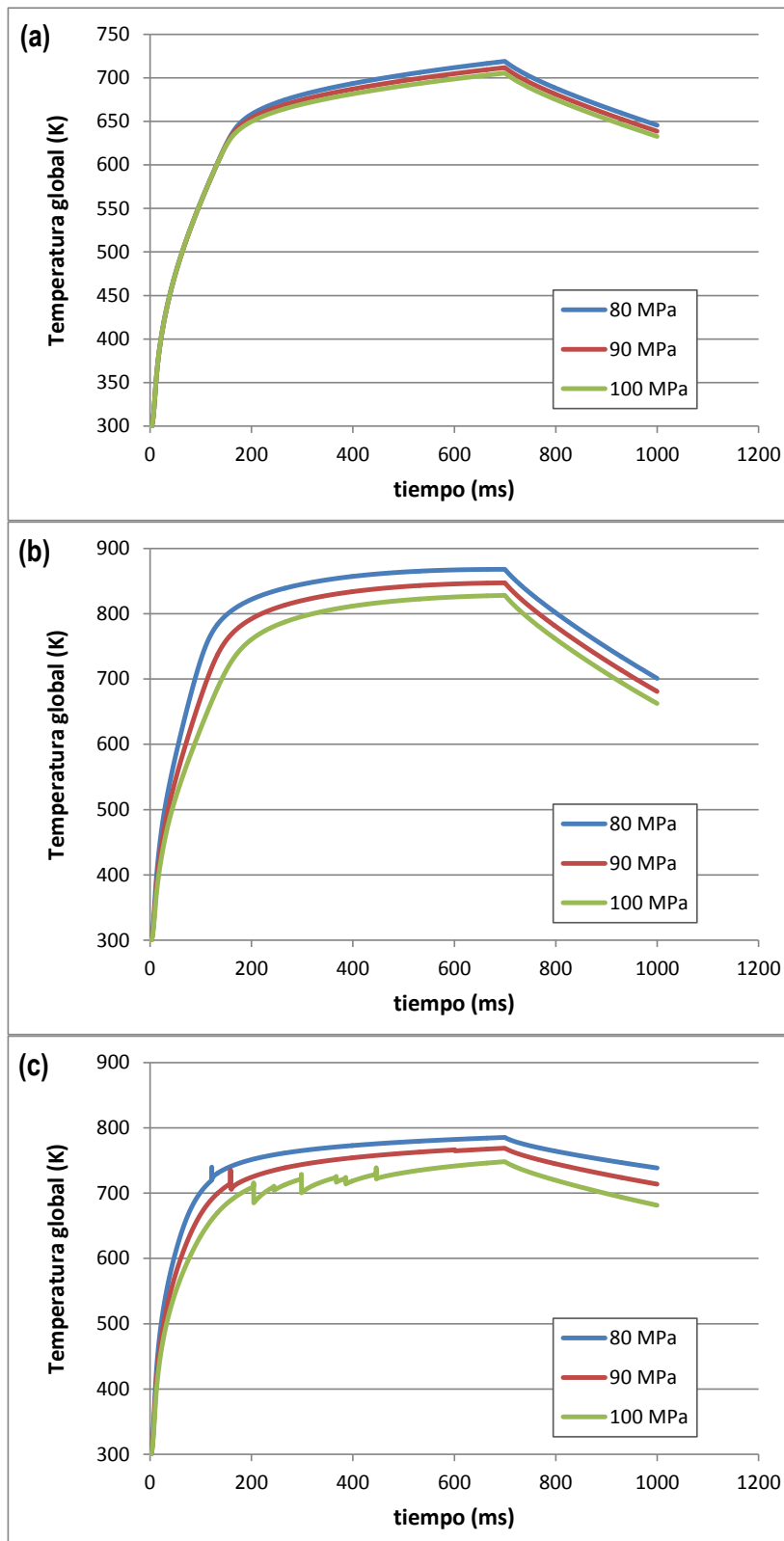


Figura 6.79. Evolución de la temperatura media del compacto obtenidas para 6 kA durante 700 ms de paso y 300 ms de enfriamiento. a) Polvo de hierro (WPL200), b) polvo de Ni T255, y c) polvo de Al AS61, para las tres presiones de trabajo: 80, 90 y 100 MPa.

Puede concluirse que la temperatura media alcanza valores inferiores cuando la presión aplicada es más alta. La explicación es sencilla: cuanto mayor es la presión, mayor densificación inicial se aplica al polvo, esto es, menor porosidad de partida y menor resistencia eléctrica global. Como, a igualdad de intensidad de corriente, la potencia térmica liberada por efecto Joule depende de la mayor o menor resistencia eléctrica del polvo, resultará que las experiencias en las que se libera más calor son aquellas en las que la presión aplicada es más baja.

Un comentario aparte merece el hecho de que, si bien los polvos de Ni y Al presentan una sensibilidad a la presión parecida, los polvos de hierro muestran una sensibilidad menor. Nótese cómo, además, la temperatura media alcanzada por los polvos de hierro es también menor. Esto se debe al especial comportamiento térmico del hierro ^[141], tal como evidencia la curva de dependencia térmica del calor específico (Figura 6.80), que muestra un pico en forma de delta, unido a la presencia de transformaciones de fase con calores latentes significativos, lo que no ocurre en los otros dos polvos.

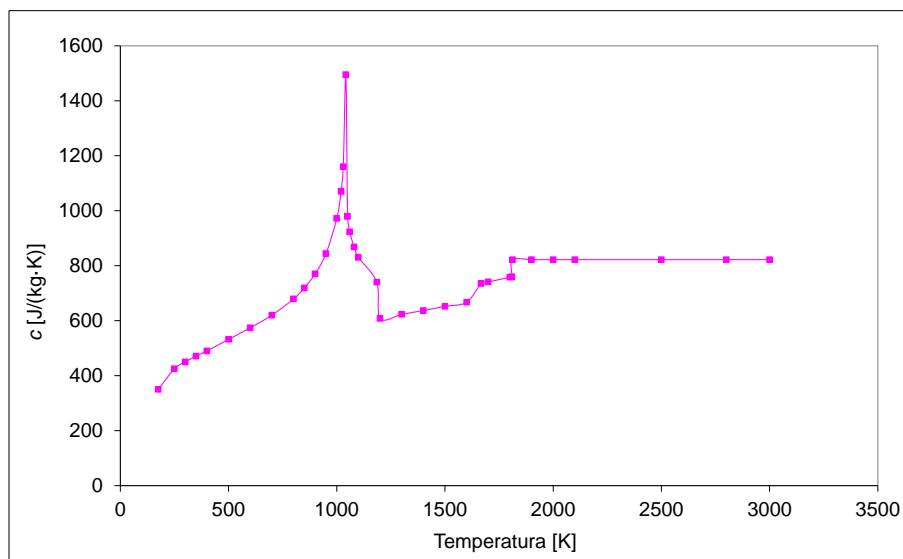


Figura 6.80. Curva característica del hierro puro para la determinación del calor específico.

Por último, la Figura 6.81 muestra la comparación de las evoluciones de las temperaturas medias para simulaciones con los mismos tiempos (700 ms + 300 ms) y 10 kA de intensidad de corriente. Solo se muestran los resultados con polvos de hierro y níquel, puesto que la experiencia es inviable para el polvo de aluminio.

Nótese cómo las diferencias entre los valores máximos alcanzados por la temperatura media se han reducido, y que la sensibilidad a la presión es ahora más parecida en los dos polvos.

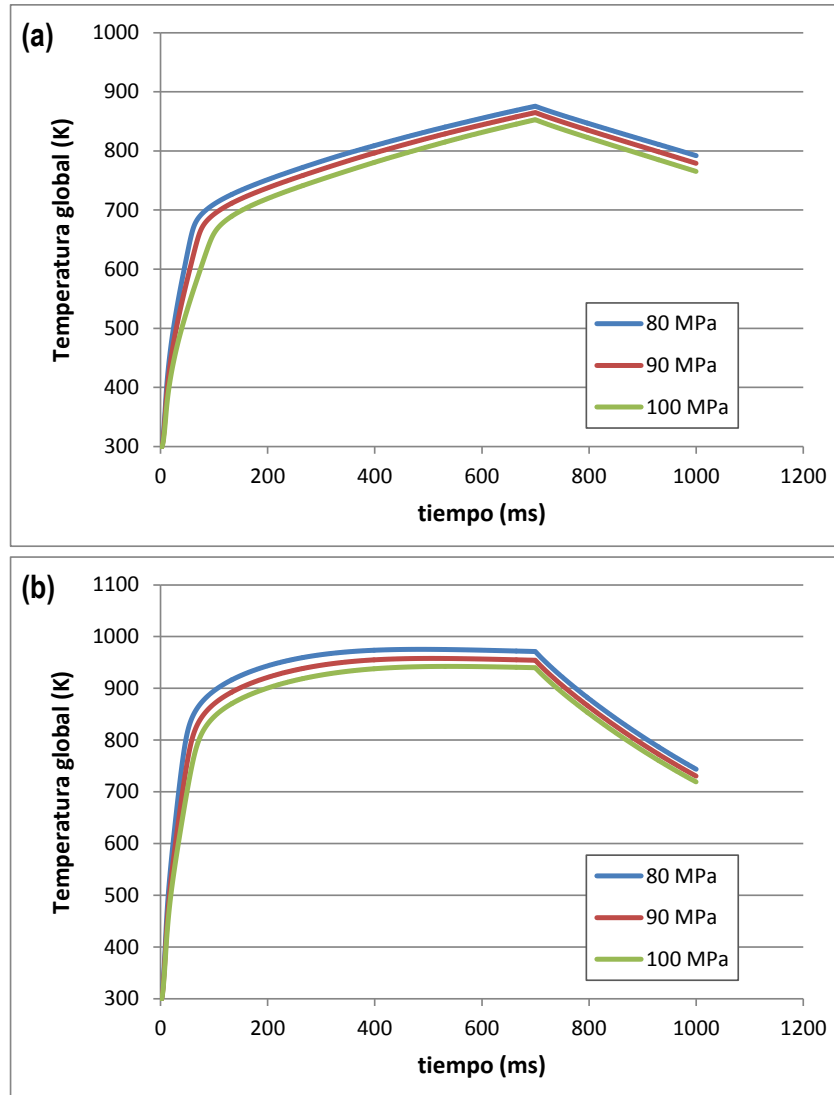


Figura 6.81. Evolución de la temperatura media del compacto obtenidas para 6 kA durante 700 ms de paso y 300 ms de enfriamiento, para los polvos de a) hierro (WPL200) y b) níquel T255, y las tres presiones de trabajo (80, 90 y 100 MPa).

6.7.3 Predicción de fusión

Otro aspecto a destacar del simulador es su ayuda a la hora de predecir bajo qué condiciones de procesado el compacto liberará energía suficiente para llegar a fundir. Naturalmente, estas condiciones no son deseables, no solo porque invalidan las virtudes de la pulvimetalurgia, sino también por su peligrosidad: si el material llega a fundir, al estar sometido a presión, puede eyectar invalidando la experiencia y poniendo en riesgo al operador. Por

tanto, la información de bajo qué condiciones el material puede llegar a fundir resulta de valiosa ayuda.

El simulador demuestra, en este caso, buena predicción para los polvos de hierro y aluminio, pero falla en la predicción de fusión del polvo de níquel. Para el polvo de hierro, en efecto, como se confirma experimentalmente, la experiencia realizada con intensidades de 11 kA produce fusión del material. Del mismo modo, el simulador confirma que las experiencias con 8 kA realizadas con polvo de aluminio producirán igualmente fusión. Por último, en el caso del níquel y para una intensidad de 11 kA, el simulador no predice fusión del polvo, lo cual se corresponde con las experiencias realizadas, ya que los problemas de soldadura empezaban a aparecer a partir de una intensidad de 12 kA.

La Figura 6.82 muestra las predicciones del simulador para las condiciones extremas de los distintos polvos.

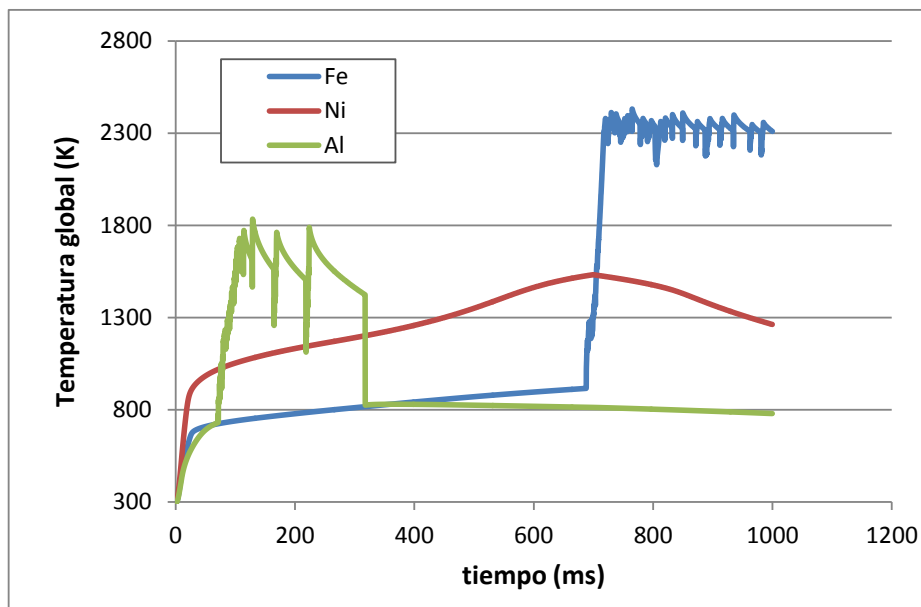


Figura 6.82. Evolución de la temperatura obtenida a partir de las simulaciones para las condiciones extremas de los distintos polvos.

Capítulo 7

CONCLUSIONES

Conclusiones

El objetivo principal que se pretendía alcanzar en esta Tesis (la adaptación de un equipo de soldadura por resistencia eléctrica con tecnología de media frecuencia para implementar consolidación eléctrica de polvos metálicos) ha sido alcanzado de manera satisfactoria. La técnica se ha revelado como capaz de proporcionar compactos bien consolidados empleando tiempos extraordinariamente breves (del orden del segundo).

Por otro lado, el modelo teórico del proceso de S.R.E. descrito en el Capítulo 2, desarrollado por el grupo de investigación en el cual se enmarca esta Tesis, se ha demostrado perfectamente válido y capaz de predecir correctamente la evolución de la densificación del compacto, en las diferentes condiciones de procesado. La importancia de ello, no solo reside en este hecho sino en la disponibilidad de variables (como la distribución interna de temperaturas), inaccesibles experimentalmente, que de otro modo serían completamente desconocidas.

Uno de los problemas recurrentes en las técnicas de consolidación eléctrica es la durabilidad de las matrices empleadas. En esta Tesis, dicho problema no ha sido crítico. Esto es debido, principalmente, al hecho de haber trabajado con polvos elementales, con el fin de focalizar la investigación a la puesta en marcha de la técnica, intentando así reducir el resto de factores que intervienen en el proceso. Los polvos seleccionados, en general, presentan un buen comportamiento a la hora de ser procesados mediante técnicas de consolidación eléctrica. Además, trabajos previos han permitido determinar, para cada uno de los materiales, unos valores aproximados de presión, intensidad y tiempo de sinterización, como referencia y punto de partida para el desarrollo de esta investigación. Así, se ha evitado la rotura del tubo cerámico como consecuencia de problemas de soldadura por la fusión del material, o debido a fuertes impactos por el empleo de una presión excesiva. De hecho, durante el trabajo experimental llevado a cabo, a excepción de las pruebas iniciales y de las experiencias extremas en las cuales aparecieron problemas de soldadura, no ha sido necesario cambiar el tubo cerámico de la matriz con excesiva frecuencia. En particular, el número de compactos de hierro fabricados ha sido de 780 (390 con cada uno de los dos polvos de hierro), y, para ello, fueron 3-4 los tubos cerámicos empleados. Del mismo modo, para la fabricación de los compactos de aluminio y níquel (210 piezas con cada uno de estos materiales), se han utilizado, en torno a 2-3 tubos. Por consiguiente, se puede con-

siderar que la vida media de cada tubo cerámico es de, aproximadamente, 200 compactos fabricados.

A continuación se presentan, particularizando para cada tipo de polvo, las principales conclusiones obtenidas. Es destacable que, para los tres materiales, la mejor combinación de resultados se ha alcanzado con la mayor presión de compactación empleada. Además, se ha comprobado que el incremento de dicha presión (hasta el valor máximo utilizado, de 100 MPa) conlleva, en general, una ligera disminución de la energía térmica necesaria durante la sinterización del polvo, ya que se facilita el proceso la unión de las partículas.

Consolidación de los polvos de hierro

El comportamiento de los dos polvos de hierro (WPL200 y NC100) durante su consolidación mediante SRE-MF es, en general, similar y ambos permiten una fácil regulación de la intensidad durante la etapa inicial de calentamiento. En el caso del Fe NC100, la porosidad global disminuye más rápidamente. No obstante, para iguales condiciones de sinterización, la densificación alcanzada para los compactos con dicho polvo ha resultado ligeramente mayor.

La evolución de la porosidad global y de la resistividad de los compactos de Fe NC100, al variar las condiciones de sinterización (intensidad y tiempo), es más uniforme que la del Fe WPL200. Aunque la ETE necesaria para la correcta consolidación del hierro NC100 ha resultado ser ligeramente superior, queda por debajo de los 0.70 kJ/g en casi todos los casos.

Los compactos de Fe NC100 presentan una mejor consolidación, con un mejor acabado superficial y una porosidad global ligeramente inferior (valores mínimos del 5% frente al 8% para el Fe WPL200). El tamaño medio de grano es más pequeño en estos compactos (hasta 20-30 μm para el Fe NC100, mientras que con el Fe WPL200 se alcanzan entre 30 y 40 μm). Aunque el tamaño de grano de los compactos de los dos tipos de hierro crece al aumentar la intensidad y el tiempo empleados en su consolidación, esta variación no ha sido excesiva en ninguno de los casos (del orden del micrómetro).

En general, la resistencia a compresión de los compactos finales es similar para ambos tipos de hierro (valores máximos entre 550 y 600 MPa). Sin embargo, los resultados del ensayo de dureza Vickers han sido mejores en caso del Fe NC100: con una mejor distribución de dureza en la sección de los compactos, además de alcanzarse valores más altos de microdureza (un máximo de 114 HV de valor medio, y 123 HV en el punto central del compacto) respecto a los del Fe WPL200 (103 y 106 HV, respectivamente).

Las simulaciones llevadas a cabo para este material han confirmado que la intensidad de corriente no puede alcanzar los 11 kA, ya que se produce la fusión del núcleo de la pieza. Además, para los polvos de hierro (como también los polvos de aluminio y níquel), las simulaciones muestran que la temperatura máxima alcanzada durante la sinterización es menor cuando se aplica una mayor presión de compactación.

Evaluando en conjunto de resultados obtenidos, se puede considerar que los mejores resultados se obtienen con el Fe NC100, consolidado con 100 MPa, 10.5 kA y 690 ms. Los compactos obtenidos presentan densidades del 95%, con una microdureza global de 112 HV y la resistencia máxima a compresión de 570 MPa, siendo la energía térmica requerida de 0.69 kJ/g.

Consolidación del polvo de aluminio

En el caso del aluminio, la alta resistividad del óxido de aluminio ($10^{12} \Omega \cdot m$), que rodea las partículas de este polvo, dificulta el periodo de regulación de la intensidad durante el proceso de sinterización.

Tanto la porosidad global como la resistividad eléctrica los compactos de aluminio alcanzan valores mínimos a partir de los 7.0 kA ($\leq 7\%$, $\leq 1 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot m$). Por contra, el aumento del tiempo de paso de la corriente no supone una mejora importante de dichas propiedades, mientras que sí aumenta la ETE aportada, lo cual indica la preferencia de aplicar intensidades altas y tiempos de sinterización cortos.

El mejor acabado superficial, así como una porosidad menor y mejor distribuida, se obtienen para las piezas fabricadas con 100 MPa de presión e intensidades altas.

El tamaño de grano de los compactos de aluminio no se ve influenciado de forma importante por el incremento de los parámetros de sinterización, quedando siempre en torno a 20 μm .

Una buena combinación de microdureza y resistencia a compresión se obtiene en las muestras fabricadas con una presión de compactación de 100 MPa, e intensidades de 7.0 y 8.0 kA. Sin embargo, a partir de los 8 kA comienzan a presentarse problemas de soldadura en las experiencias llevadas a cabo con mayores tiempos de paso. Esto ha quedado constatado a través de las simulaciones llevadas a cabo para la predicción de la fusión del polvo.

Teniendo en cuenta todos estos resultados, se puede considerar que una buena combinación de propiedades para los compactos de aluminio se obtiene empleando una presión de 100 MPa, 7.0 kA de intensidad y un tiempo de paso de 290 ms (porosidad del 6.4%; microdureza media e interior de 40 y 45 HV, respectivamente; y resistencia a compresión

de 263 MPa). En este caso, la energía térmica aportada para el proceso de sinterización de los compactos ha resultado ser de tan solo 0.52 kJ/g.

Consolidación del polvo de níquel

Las particulares características del polvo de níquel T255, con un tamaño medio de partícula mucho más pequeño que el resto de materiales (2.13 μm , frente a 88-113 μm del hierro y 55 μm del aluminio), y una morfología arracimada de tipo filamentosa, hacen que su comportamiento durante las experiencias de SRE-MF sea diferente a lo observado para el aluminio y el hierro. En concreto, la caída de la porosidad es más brusca y se estabiliza en un intervalo de tiempo más corto, debido a su mayor porosidad de golpeo (0.86, respecto a valores inferiores a 0.65 para el resto de materiales). Además, el equipo es capaz de regular más fácilmente la intensidad, consecuencia de la menor resistividad eléctrica del óxido de níquel (del orden de $10^{-1} \Omega \cdot \text{m}$), respecto a la del óxido de hierro y aluminio (10^3 y $10^{12} \Omega \cdot \text{m}$, respectivamente).

La resistividad eléctrica de los compactos no decrece de forma importante a partir de los 9.0 kA, pero sí lo hace su porosidad. A pesar de que la ETE aportada para su proceso de consolidación aumenta, la densificación mejora notablemente para las condiciones máximas de trabajo: 100 MPa, 11 kA y 690 ms. La densidad alcanzada por estas piezas ha sido del 77.3%, con una microdureza global de 77 HV y la resistencia a compresión de 545 MPa. Y la energía térmica aportada durante su consolidación ha sido de 0.40 kJ/g. Además, a través de las simulaciones se ha confirmado que, para dichas condiciones máximas de trabajo empleadas con este polvo, no se produce la fusión del material durante el proceso de sinterización.

La baja densidad aparente del polvo de níquel implica desplazamientos muy grandes del punzón. Esto conlleva un peor acabado de los bordes y, por tanto, una peor distribución de microdureza. El acabado superficial de los compactos también mejora conforme se incrementan las condiciones de presión, intensidad y tiempo de paso. No se produce un crecimiento de grano significativo debido al incremento de dichos parámetros. El tamaño medio de grano para el polvo níquel es de 2.13 μm , quedando dicho valor entre 2.8 y 4.7 μm para los compactos fabricados a partir de dicho polvo. Asimismo, la porosidad de estos compactos presenta un tamaño muy pequeño, de acuerdo al orden del tamaño de grano.

Líneas futuras de investigación

Pese a que en esta investigación la durabilidad de la matriz no ha sido un problema clave, para una posible implantación industrial de esta técnica sería deseable (o exigible) profundizar en el estudio de diferentes matrices completamente cerámicas, con el fin de maximizar su vida útil.

Lógicamente, la técnica de sinterización por resistencia eléctrica debería ser aplicada a polvos de aleaciones comerciales de mayor interés tecnológico que los polvos elementales empleados en esta investigación básica.

Finalmente, para uniformizar la distribución de porosidad interna, podría ser interesante la variación de los tiempos de aproximación y apriete, que tienen lugar en las etapas previas al paso de la corriente eléctrica.

Quizás, podría resultar conveniente una compresión del polvo previa a la experiencia de SRE-MF. Esto permitiría obtener piezas con una menor porosidad, y con una distribución de porosidad más homogénea.

Bibliografía

-
- ¹ W.J. Walker Jr, “High volume production for high performance ceramics”, *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, 33 (8), (2013), 25-33.
- ² K.A. Terrani, J.O. Kiggans, Y. Katoh, K. Shimoda, F.C. Montgomery, B.L. Armstrong, C.M. Parish, T. Hinoki, J.D. Hunn and L.L. Snead, “Fabrication and characterization of fully ceramic microencapsulated fuels”, *Journal of Nuclear Materials*, 426 (1-3), (2012), 268-276.
- ³ C. Freódy, R.B. Canto, N. Schmitt, S. Roux and R. Billardon, “Modelling of the mechanical behavior of two pure PTFE powders during their compaction at room temperature”, *AIP Conference Proceedings*, 1542, (2013), 1246-1249.
- ⁴ S. Grasso, Y. Sakka, G. Maizza, “Electric current activated/assisted sintering (ECAS): A review of patents 1906-2008”, *Science and Technology of Advances Materials*, 10 (5), (2009), 053001.
- ⁵ K. Okazaki, “Electro-discharge consolidation of particulate materials”, *Reviews in Particulate Materials*, 2, (1994), 215-269.
- ⁶ N.F. Medvedenko, M.Z. Kolchiskii, V.V. Skorokhod, *Poroshkovaya Metallurgiya*, 6, (1977), 562, (in Russian).
- ⁷ M.Z. Kol'chinskLi, N.F. Medvedenko, Solonin, Yu. M., F.P. Gnatush, “Electric-discharge sintering of mixtures of aluminum and copper powders”, *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 16 (7), (1977), 504-507.
- ⁸ T.I. Istomina, A.A. Baidenko, A.I. Raichenko, M.A. Goldberg, A.V. Svechkov, “Influence of premolding pressure in electric-discharge sintering of the phycomechanical properties of a copper-tin-abrasive composite, *Soviet powder metallurgy and metal ceramics*, 22 (11), (1983), 957-960.
- ⁹ V.V. Meshkov, N.K. Myshkin, A.I. Sviridenko, “Method of calculating the process parameters of the electric-discharge sintering of conducting powders”, *Soviet powder metallurgy and metal ceramics*, 23 (3), (1984), 200-203.
- ¹⁰ A.I. Raichenko, “Theory of metal powder sintering by an electric-pulse discharge”, *Soviet powder metallurgy and metal ceramics*, 24 (1), (1985), 26-30.
- ¹¹ A.I. Raichenko, T.L. Istomina, G.G. Karyuk, A.A. Baidenko, M. Sh. Gol'dberg, A.F. Khrienko, A.V. Svechkov, “Effect of abrasive component concentration on the mechanical

properties and structure of tool material prepared by electric discharge sintering”, *Soviet powder metallurgy and metal ceramics*, 24 (2), (1985), 160-163.

¹² A.I. Raichenko, E.S. Chernikova, “A mathematical model of electric heating of the porous medium using current-supplying electrode/punches”, *Soviet powder metallurgy and metal ceramics*, 28 (5), (1989), 365-371.

¹³ G.L. Burenkov, A.I. Raichenko, A.M. Suraeva, “Dynamics of interparticle reactions in spherical metal powders during electric sintering”, *Soviet powder metallurgy and metal ceramics*, 26 (9), (1987), 709-712.

¹⁴ G.L. Burenkov, A.I. Raichenko, A.M. Suraeva, “Macroscopic mechanism of formation of interparticle contact in electric current sintering of powders” *Soviet powder metallurgy and metal ceramics*, 28 (3), (1989), 186-191.

¹⁵ J.M. Montes, “Modelado de la sinterización por resistencia eléctrica bajo presión de polvos metálicos”, *UNED thesis, Facultad de Ciencias*, Directores: E.J. Herrera y J.A. Rodríguez, ETSI, Universidad de Sevilla, Spain (2003).

¹⁶ J. Zhang, *Field Activated Sintering Technology: Multi-physics Phenomena Modeling*, LAMBERT Academic Publishing AG & Co. KG (2010).

¹⁷ J.R. Groza, “Field assisted sintering”, *ASM Handbook, Powder Metal*, 7, ASM, (1998), 583-589.

¹⁸ C. Wang, L. Cheng, Z. Zhao, “FEM analysis of the temperature and stress distribution in spark plasma sintering: Modelling and experimental validation”, *Computational Materials Science*, 49, (2010), 351–362.

¹⁹ A. Zavaliangos, J. Zhang, M. Krammer, J.R. Groza, *Mater. Sci. Eng. A* 379, (2004), 218.

²⁰ J.M. Montes, F.G. Cuevas and J. Cintas, “Electrical resistivity of metal powder aggregates”, *Metallurgical and Materials Transactions*, B 38 (6), (2007), 957-964.

²¹ J.M. Montes, F.G. Cuevas and J. Cintas, “Porosity effect on the electrical conductivity of sintered powder compacts”, *Applied Physics*, A 92, (2008), 375-380.

²² F.G. Cuevas, J.M. Montes and J. Cintas, “Analytical theory for the description of powder systems under compression”, *Applied Physics*, A 99, (2010), 751-761.

²³ F.G. Cuevas, J.M. Montes, J. Cintas and Y. Torres, “Powder compaction law for cold die pressing”, *Granular Matter*, 12, (2010), 617-627.

²⁴ J.M. Montes, J.A. Rodríguez, F.G. Cuevas and J. Cintas, “Consolidation by electrical resistance sintering of Ti powder”, *Journal of Materials Science*, 46, (2010), 5197-5207.

-
- ²⁵ J.M. Montes, F.G. Cuevas and J. Cintas, “Electrical conductivity of metal powders under pressure”, *Applied Physics*, A 105, (2011), 935-947.
- ²⁶ J.M. Montes, F.G. Cuevas and J. Cintas, “Electrical resistivity of a titanium powder mass”, *Granular Matter*, 13, (2011), 439-446.
- ²⁷ P. Urban, “Estudio de la amorfización y consolidación mediante sinterización por resistencia eléctrica de polvos metálicos”, ETSI Sevilla, Thesis Directors: F.G. Cuevas and J.M. Montes, Universidad de Sevilla, Spain (2012).
- ²⁸ J.M. Montes, J.A. Rodríguez, J. Cintas, F.G. Cuevas, “Consolidation by electrical resistance sintering of Ti powder”, *Journal of Materials Science*, 46, (2011), 5197-5207.
- ²⁹ K. Yamazaki, S.H. Risbud, H. Aoyama, K. Shoda, “PAS (plasma activated sintering): Transient sintering process control for rapid consolidation of powders”, *Journal of Materials Processing Technology*, 56 (1-4), (1996), 955-965.
- ³⁰ R. Orrú, R. Licheri, A.M. Locci, A. Ciconetti and G. Cao, “Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering”, *Materials Science and Engineering R: Reports*, 63 (4-6), (2009), 127-287.
- ³¹ Z A. Munir, U. Anselmi-Tamburini and M. Oyanagi, “The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method”, *Journal of Materials Science*, 41 (3), (2006), 763-777.
- ³² A L. Duval D’Adrian, “Article of Fused Metallic Oxide and Process of Producing the same”, *US Patent*, (1922), No. 1.430.724.
- ³³ A.G. Bloxam, “Improved Manufacture of Electric Incandescence Lamp Filaments from Tungsten or Molybdenum or an Alloy thereof”, *GB Patent*, (1906), No. 27.002.
- ³⁴ A.G. Bloxam, “Improved Manufacture of Filaments of Tungsten or Molybdenum for Electric Incandescence Lamps”, *GB Patent*, (1906), No. 9020.
- ³⁵ G. Weintraub and H. Rush, “Process and Apparatus for Sintering Refractory Materials”, *US Patent*, (1913), No. 1.071.488.
- ³⁶ N R. Davis, “Improvement Process for the Sintering of Refractory Metals”, *GB Patent*, (1927), No. 274.283.
- ³⁷ G.F. Taylor, *GB Patent*, (1932), No. 385.629.
- ³⁸ G.F. Taylor, N. Niskayna, “Method for making wire drawing dies”, *US Patent* (1932), No. 2.076.356.

- ³⁹ G F Taylor, “Apparatus for Making Hard Metal Compositions”, *US Patent*, (1933), No. 1.896.854.
- ⁴⁰ C.F. Sherwood, “Porous Metal and Processes of Forming the Same”, *GB Patent*, (1931), No. 365.068.
- ⁴¹ C.F. Sherwood, “Improvements in or relating to Porous Metal Bodies, and Process of Producing the Same”, *GB Patent*, (1931), No. 364.546.
- ⁴² C.F. Sherwood, “Porous Metal and Process of Producing Same”, *GB Patent*, (1933), No. 391.155.
- ⁴³ British Thomson Houston Co., Ltd., “Improvements in and relating to the Manufacture of Abrasive Wheels”, *GB Patent*, (1935), No. 436.430.
- ⁴⁴ A. Kratky, “Method for the production of bodies of extreme hardness”, *US Patent*, (1937), No. 2.089.030.
- ⁴⁵ E.W. Engle, “Method and apparatus for making hot pressed hard metal compositions”, *US Patent*, (1940), No. 2.195.297.
- ⁴⁶ W.D. Jones, *The Metal Industry*, I, (1940), 69-73.
- ⁴⁷ G.D. Cremer, “Powder Metallurgy”, *US Patent*, (1944), No. 2.355.954.
- ⁴⁸ W.F. Ross, “Method and Apparatus for Making Solid Objects from Metal Powders”, *US Patent*, (1945), No. 2.372.605.
- ⁴⁹ F.V. Lenel, “Resistance Sintering Under Pressure”, *Journal of Metals*, 7, (1955), 158-167.
- ⁵⁰ J.C. Parker, “Method of Bounding Particles into Unitary Bodies”, *US Patent*, (1968), No. 3.567.903.
- ⁵¹ K. Okazaki, “Method of Sintering Powder”, *US Patent*, (1990), No. 4.929.415.
- ⁵² W. Knoess, “Process for Producing Sintered-Iron Molded Parts with Pore-Free Zones”, *US Patent*, (1995), No. 5.453.242.
- ⁵³ W. Knoess and M. Schlemmer, “Pressing electroconductive powders in mold, then more pressing while applying electric current pulsations yields very high density, high strength, defect-free moldings”, *US Patent*, (1996), No. 5.529.746.
- ⁵⁴ K. Inoue, “Electric-discharge sintering”, *US Patent*, (1966), No. 3.241.956.
- ⁵⁵ K. Inoue, “Powder activation”, *US Patent*, (1971), No. 3.598.566.
- ⁵⁶ K. Inoue, “Method of electrically sintering discrete bodies”, *US Patent*, (1967), No. 3.340.052.

-
- ⁵⁷ G. Degroat, "One-Shot Powder Metal Parts", *American Machinist*, 109 (21), (1965), 107-110.
- ⁵⁸ G. Degroat, Special Report 594, *American Machinist*, 110 (23), (1966), 149-154.
- ⁵⁹ R.W. Boesel, M.I. Jacobson and I.S. Yoshida, "Spark Sintering Tames Exotic PM Materials", *J. Mater. Eng.*, 70 (4), (1969), 32-37.
- ⁶⁰ T. Suzuki and S. Saito, *J. Japan Soc. Powders And Powder Met.*, 18, (1971), 28-33.
- ⁶¹ C.G. Goetzel and V.S. De Marchi, "Electrically Activated Pressure Sintering (Spark Sintering) of Titanium-aluminium-vanadium Alloy Powders", *Mod. Devel. In Powder Met.*, 4, (1971), 127-132.
- ⁶² C.G. Goetzel, V.S. de Marchi, "Electrically Activated Pressure Sintering (Spark Sintering) of Titanium Powders", *Powder Metall. Int.*, 3, (1971), 80-87.
- ⁶³ C.G. Goetzel, V.S. de Marchi, "Electrically Activated Pressure Sintering (Spark Sintering) of Titanium Powders", *Powder Metall. Int.*, 3, (1971), 134-136.
- ⁶⁴ D.G. Rogers, "Method of Producing Porous Tantalum", *US Patent*, (1971), No. 3.627.520.
- ⁶⁵ K. Inoue, "Apparatus for Electrically Sintering Discrete Bodies", *US Patent*, (1966), No. 3.250.892.
- ⁶⁶ R.W. Boesel, "Where Powder Metallurgy is growing. Spark Sintering. An-unusual Method", *Met. Progr.*, 99 (4), (1971), 74-77.
- ⁶⁷ S. Saito, T. Ishiyama and A. Sawaoka, *Bull. Tokyo Inst. Of Tech.*, 120, (1974), 137-142.
- ⁶⁸ T.J. Davies and S.T.S. Al-Hassani, "Preforming of Metal Powder Componetns by direct Electrical Discharge", *Mater Process and Perform, Presented at Inter-Am Conf on Mater Technol, 6th, Century 2 - Emerging Technol Conf; San Francisco, CA, USA; Adv. Mater. Tech. In America. ASME*, 2, (1980), 147-152.
- ⁶⁹ D.J. Williams and W. Johnson, "Neck Formation and Growth in High-Voltage Discharge Forming of Metal Powders", *Powder Metallurgy*, 25 (2), (1982), 85-89.
- ⁷⁰ T. Alp, S.T.S. Al-Hassani and W. Johnson, "Electrical Discharge Compaction of Powder Mechanics and Material Structure", *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME*, 107, (1985), 109-112.
- ⁷¹ D.J. Williams and S. Clyens, "Compaction of Metal Powders using Hihg Coltage Electrical Discharges", *Metallurgia*, 44 (3), (1977), 125-127.

- ⁷² Z. Hara and K. Akechi, "Influence of transformation on sintering of Ti powder", *Titanium '80*, (1982), 2265-2274.
- ⁷³ O.V. Sukhov, A.A. Baidenko, T.I. Istamina, A.I. Raichenko, V. P. Popov, A.V. Svehkov and M.A. Goldberg, "Densification kinetics of a copper-tin powder composite during electric-discharge sintering", *Sov. Powder Metall. Met. Ceram.*, 26 (7), (1987), 530-532.
- ⁷⁴ M. Omori, *8th Int. Conf. on Microwave High Frequency Heat* (Bayreuth, Germany, Sept. 3-7, 2001).
- ⁷⁵ Tokita M, "Trends in advanced SPS spark plasma sintering systems and technology", *Journal of the Society of Powder Technology Japan*, 30 (11), (1993), 790-804.
- ⁷⁶ K. Inoue, *JP Patent*, (1991), No. JP3236402.
- ⁷⁷ K. Inoue, *JP Patent*, (1991), No. JP3236403.
- ⁷⁸ M. Tokita, "Method and system for automatic electrical sintering", *US Patent*, (2002), No. 6.383.446.
- ⁷⁹ M. Tokita, K. Nakagawa and S. Ishida, *JP Patent*, (2004), No. JP2004244662.
- ⁸⁰ D.P. Bauer and D.C. Newman, "System for Consolidating Powders", *US Patent*, (2003), No. 6.612.826.B1.
- ⁸¹ D.P. Bauer and D.C. Newman, "System and Method for Consolidating Powders", *US Patent*, (2008), No.7.361.301.B2.
- ⁸² J.S. Hetherington, "Method for Making Porous Low Density Metal Member from Powdered Metal", *US Patent*, (1969), No. 3.445.625.
- ⁸³ M. Omori, "Sintering, consolidation, reaction and cristal growth by the SPS" *Materials Science and Engineering A.*, 287 (2), (2000), 183-188.
- ⁸⁴ M. Omori, A. Okubo, R. Miyao, F. Watari and T. Hirai, "Densification of Ti/HA functionally graded material (FGM) by SPS", *Funtai Oyobi Fummatsu Yakin/Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, 47 (11), (2000), 1234-1238.
- ⁸⁵ M. Tokita, M. Kawahara, M. Sonoda, M. Omori, A. Okubo and T. Hirai, "Preparation and tribological characterization of $ZrO_2(3Y)+20Al_2O_3/SUS410L$ stainless steel composite functionally graded material fabricated by SPS", *Funtai Oyobi Fummatsu Yakin/Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, 46 (3), (1999), 269-276.

-
- ⁸⁶ N. Golpalsami, H.T. Chien, W. Goldberger, B. Merkle, and J. Borton, “Development of ultrasonic sensor for non-intrusive measurement of temperature in powder materials”, *Powder Met.*, 45 (3), (2002), 271-275.
- ⁸⁷ J. Zhang, A. Zavaliangos, M. Kraemer, and J. Groza, “Numerical simulation of thermal-electrical phenomena in field activation sintering”, *Proceedings of the TMS Fall Meeting*, (2002), 299-309.
- ⁸⁸ J.M. Montes, F.G. Cuevas, J. Cintas and P. Urban, “A one-dimensional model of the electrical resistance sintering”, *Metallurgical and Materials Transactions A.*, 43 (2), (2014), 963-980.
- ⁸⁹ A. Zavaliangos, J. Zhang, M. Krammer and J. R. Groza, “Temperature evolution during field activated sintering”, *Materials Science and Engineering A.*, 379 (1-2), (2004), 218-228.
- ⁹⁰ G.A. Kriegsmann, “Electric discharge sintering: A mathematical model”, *Siam J. Appl. Math.*, 68 (6), (2008), 1503-1517.
- ⁹¹ J. Räthel, M. Herrmann and W. Beckert, “Temperature distribution for electrically conductive and non-conductive materials during Field Assisted Sintering (FAST)”, *Journal of the European Ceramic Society*, 29, (2009), 1419-1425.
- ⁹² J.M. Montes, F.G. Cuevas, and J. Cintas, “Electrical and thermal tortuosity in powder compacts”, *Granular Matter*, 9 (6), (2007), 401-406.
- ⁹³ J.M. Montes, F.G. Cuevas, J. Cintas and S. Muñoz, “Thermal conductivity of powder aggregates and porous compacts”, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 43 (12), (2012), 4532-4538.
- ⁹⁴ J. Secondi, “Modelling powder compaction from a pressure-density law to continuum mechanics”, *Powder Metall.*, 45 (3), (2002), 213-217.
- ⁹⁵ A.N. Tijonov and A.A. Samarski, *Ecuaciones de la Física Matemática*, 2nd Ed, MIR, USSR, 1980, (en español).
- ⁹⁶ R. Haberman, *Elementary applied partial differential equations*, Prentice-Hall International, Inc, Englewood Cliffs, New Jersey, 1987.
- ⁹⁷ G. Dowson, *Powder metallurgy, The process and its products*. Adam Hilger series. EE. UU., (1990), ISBN 0852740069.
- ⁹⁸ UNE-EN ISO 3954, “Polvos para uso en pulvimetalurgia. Tomas de muestras”, (2008).

- ⁹⁹ ASTM B215-10, “Standard Practices for Sampling Metal Powders”, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2010).
- ¹⁰⁰ ASTM B213-97, “Standard test method for flow rate of metal powders”, Annual Book of ASTM Standards, 02.05, Philadelphia, USA, (2003).
- ¹⁰¹ ASTM B212-99, “Standard test method for apparent density of free-flowing metal powders using the hall flowmeter funnel”, Annual Book of ASTM Standards, 02.05, Philadelphia, USA, (2003).
- ¹⁰² ASTM B527-93(2000), “Standard test method for determination of tap density of metallic powders and compounds”, Annual Book of ASTM Standards, 02.05, Philadelphia, USA, (2003).
- ¹⁰³ Paul A. W. and O. Clyde, “Analytical Methods in Fine Particle Technology”, Micromeritics Instrument Corporation, Norcross, GA USA, (1997).
- ¹⁰⁴ MPIF Standard 45, “Determination of compressibility of metal powders. Standard test methods for metal powders and powder metallurgy products”, MPIF, Princeton, New Jersey, USA, (2002).
- ¹⁰⁵ ASTM B331-95(2002), “Standard Test Method for Compressibility of Metal Powders in Uniaxial Compaction”, Annual Book of ASTM Standards, 02.05, Philadelphia, USA, (2003).
- ¹⁰⁶ J.S. Hirschhorn, *Introduction to powder metallurgy*, APMI, New York, USA, (1969).
- ¹⁰⁷ W.J. Huppmann, K. Dalal, P. Wellner and G. Elssner, “Metallographic characterization of PM materials”, *Powder Met.*, 26 (1), (1983), 23-30.
- ¹⁰⁸ J.M. Gonzalez, “Contribución al estudio de la consolidación de polvos metálicos mediante presión en frío”, Tesis Doctoral, Universidad de Sevilla, (1979).
- ¹⁰⁹ J.M. Gallardo, “Fabricación de aceros rápidos por procedimientos pulvimetalúrgicos”, Tesis Doctoral, Universidad de Sevilla, (1985).
- ¹¹⁰ ASTM E407-07e1, “Standard Practice for Microetching Metals and Alloys”, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2007).
- ¹¹¹ UNE-EN ISO 643, “Aceros. Determinación micrográfica del tamaño de grano aparente”, (2013).
- ¹¹² ASTM E112-13, “Standard Test Methods for Determining Average Grain Size”, Annual Book of ASTM Standards, vol. 03.01, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2013).

-
- ¹¹³ J.S. Benjamin, “Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying” *Met. Trans. A-Phys. Met. Mater. Sc.*, 1 (10), (1970), 2943-2951.
- ¹¹⁴ K. Okada, S. Kikuchi, T. Ban and N. Otsuka, “Difference of mechanochemical factors for Al₂O₃ powders upon dry and wet grinding”, *Journal of Materials Science and Letters*, 11 (12), (1992), 862-864.
- ¹¹⁵ A. Bellosi, F. Montverde, S. Botti and S. Martelli, “Development and characterization of nanophase Si₃N₄-based ceramics”, *Materials Science Forum*, 235-238 (PART 1), (1997), 255-260.
- ¹¹⁶ T. Yamazaki, K. Terayama, T. Shimazaki and K. Sugimoto, “Mechanical alloying between Ni powder and liquid Ga”, *Journal of Materials Science Letters*, 16 (16), (1997), 1357-1359.
- ¹¹⁷ C.L. Ye, D. Chen and H.-Y. Liu, “Study on synthesis of ZnFe₂O₄ nanocrystal by solid-liquid reaction ball milling assisted by ultrasonic”, *Rengong Jingti Xuebao/Journal of Synthetic Crystals*, 40 (1), (2011), 132-138.
- ¹¹⁸ Q. Hou, Z.C. Shi, R.H. Fan, L.C. Ju, “Cryomilling and Characterization of Metal/ceramic Powder”, *Key Engineering Materials*, 512-515, (2012), 127-131.
- ¹¹⁹ J.S. Benjamin, “Mechanical Alloying”, *Scientific American*, 234 (5), (1976), 40-48.
- ¹²⁰ C.C. Koch, “The synthesis and structure of nanocrystalline materials produced by mechanical attrition”, *Nanostructured Materials*, 2 (2), (1993), 109-129.
- ¹²¹ C. Suryanarayana, “Nanocrystalline materials”, *International Materials Reviews*, 40 (2), (1995), 41-64.
- ¹²² H. Abdoli, E. Salahi, H. Farnoush and K. Pourazrang, “Evolutions during synthesis of Al-AlN-nanostructured composite powder by mechanical alloying”, *Journal of Alloys and Compounds*, 461, (2008), 166-172.
- ¹²³ A.S. Bolokang and M.J. Phasha, “Formation of titanium nitride produced from nanocrystalline titanium powder under nitrogen atmosphere”, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 28, (2010), 610-615.
- ¹²⁴ R. Chater, M. Bououdina, D. Chaanbi and H. Abbas, “Synthesis and magnetization studies of nanopowder Fe₇₀Ni₂₀Cr₁₀ alloys prepared by high energy milling”, *Journal of Solid State Chemistry*, 201, (2013), 317-323.

- ¹²⁵ Y. Ni, C. Ke, B. Han and N. Li, "Preparation of MgAl₂O₄-C nanopowder by mechanical alloying", *Kuei Suan jen Hsueh Pao/ Journal of the Chinese Ceramic Society*, 40 (1), (2012), 137-144.
- ¹²⁶ B.P. Dolgin, M.A. Vanek, T. McGory and D.J. Ham, "Mechanical alloying of Ni, CO, and Fe with Ti. Formation of an amorphous phase", *Journal of Non-Crystalline Solids*, 87 (3), (1986), 281-289.
- ¹²⁷ R. Watanabe, H. Hashimoto and G.G. Lee, "Computer simulation of milling ball motion in mechanical alloying (overview)", *Mater. Trans. JIM*, 36 (2), (1995), 102-109.
- ¹²⁸ S.D. Kaloshkin, I.A. Tomilin, G.A. Andrianov, U.V. Baldokhin and E.V. Shelekhov, "Phase transformations and hyperfine interactions in mechanically alloyed Fe-Cu solid solutions", *Materials Science Forum*, 235-238 (PART 2), (1997), 565-570.
- ¹²⁹ T. Itsukaichi, K. Masuyama, M. Umemoto, I. Okane and J.G. Cabañas, "Mechanical alloying of Al-Ti powder mixtures and their subsequent consolidation", *J. Mater. Res.*, 8 (8), (1993), 1817-1828.
- ¹³⁰ G. Liang, Q. Meng, Z. Li, and E. Wang, "Consolidation of nanocrystalline Al-Ti alloy powders synthesized by mechanical alloying", *Nanostruct. Mater.*, 5 (6), (1995), 673-678.
- ¹³¹ J.J. Fisher and R.M. Haeblerle, "Commercial status of mechanically alloyed materials" *Modern Developments in Powder Metallurgy*, 21, (1988), 461-477.
- ¹³² D. Maurice and T.H. Courtney, "Milling dynamics: Part III. Integration of local and global modelling of mechanical alloying devices", *Met. Trans. A-Phys. Met. Mater. Sc.*, 27, (1996), 1981-1986.
- ¹³³ D.R. Maurice and T.H. Courtney, "The physics of mechanical alloying: A first report", *Met. Trans. A-Phys. Met. Mater. Sc.*, 21 (2), (1990), 289-303.
- ¹³⁴ W. Rydin, D. Maurice and T.H. Courtney, "Milling dynamics: Part I. Attritor", *Met. Trans. A-Phys. Met. Mater. Sc.*, 24, (1993), 175-185.
- ¹³⁵ ASTM E9-09, "Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature", ASTM International, West Conshohocken, PA, (2009).
- ¹³⁶ ASTM E384-11e1, "Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials", Annual Book of ASTM Standards, vol. 03.01, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2011).
- ¹³⁷ UNE-EN ISO 6507-1, "Materiales metálicos: Ensayo de dureza Vickers, Parte 1: Método de ensayo", Madrid, (2006).

¹³⁸ “Handbook for Resistance Spot Welding”, 2012-06, Miller Electric Mfg. Co., (2012) 003-335D.

¹³⁹ “Welding Processes, Part 2”, Welding Handbook 9th Edition, Vol. 3 (2007), ISBN 978-0-87171-053-6.

¹⁴⁰ “CRC Handbook of chemistry and physics: a ready-reference book of chemical and physical data”, 95th Edition, W. M. Haynes; associate editor, David R. Lide (2014), ISBN: 9781482208672.

¹⁴¹ W.F. Gale, PhD, and T.C. Totemeier, PhD, “Smithells Metals Reference Book”, 8th Edition, Elsevier Ltd. (2004), ISBN: 978-0-7506-7509-3.